

Untersuchungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit in Packungskolonnen

Der Fakultät Maschinenwesen der
Technischen Universität Dresden
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur
vorgelegte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Guido Bartlok
Geboren am 26. Februar 1970 in Frankfurt (Oder)

Dresden, 2002

Betreuender Hochschullehrer
Prof. Dr. sc. techn. H. Quack

Bibliographische Beschreibung

Bartlok, Guido

Untersuchungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit in Packungskolonnen

Dresden, Technische Universität

Fakultät für Maschinenwesen

Dissertation A

S.: 144

Abb.: 95

Tab.: 3

Lit.: 53

Kurzfassung

Bei der Rektifikation werden heute zunehmend Füllkörperkolonnen mit geordneten Packungen eingesetzt. Die Maldistribution, ein bislang ungelöstes Problem in Füllkörperkolonnen, wirkt sich negativ auf die Stoffaustauschleistung aus. Zur Verringerung der Maldistribution wird zwischen den Packungssektionen mehrfach die Rücklaufflüssigkeit gesammelt und erneut gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt verteilt. Diese Neuverteilung realisieren Zwischenverteiler, die somit einen Großteil der Kolonnenhöhe beanspruchen und damit die Investitions- und Betriebskosten erheblich erhöhen. Hauptursache für die Bauhöhe der Zwischenverteiler ist der Wunsch nach einem vollständigen Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung. Um die Kolonnenhöhe zu verringern und dennoch die gleiche Trennleistung zu erreichen, mangelt es den Anlagenbauern bislang an einer praktikablen Lösung.

Entgegen der bisherigen Lehrbuchmeinung wird in dieser Arbeit die Bedeutung des vollständigen Konzentrationsausgleich grundsätzlich in Frage gestellt. Es erfolgen deshalb theoretische und experimentelle Untersuchungen für ein besseres Verständnis der Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit und deren Auswirkung auf die Trennleistung. Durch Modifizierung des klassischen Zwei-Kolonnen-Modells gelingt es, den Einfluss der Maldistribution, der Dampfquervermischung und der hydraulisch gleichmäßigen Flüssigkeitsneuverteilung mit und ohne vollständigen Konzentrationsausgleich numerisch zu simulieren. Die Überprüfung der Simulationsmodelle erfolgt an einer Pilotkolonne mit einem inneren Durchmesser von 1 m. Die Kolonne ist mit Sulzer MellapakPlus 752.Y ausgerüstet und als Testgemisch dient trans-/cis-Dekalin.

Im Ergebnis zeigt sich, dass vor allem der hydraulische Ausgleich erforderlich ist und es praktisch keinen Unterschied zwischen vollständigen und unvollständigen Konzentrationsausgleich bei sonst gleichen Betriebsbedingungen gibt. Überlegungen für eine deutlich flachere Verteilerkonstruktion werden vorgestellt.

REKTIFIKATION, STOFFAUSTAUSCHKOLONNE, PACKUNG, UNGLEICHVERTEILUNG, MALDISTRIBUTION, FLÜSSIGKEITSVERTEILER, NEUVERTEILUNG, RÜCKLAUFFLÜSSIGKEIT, STOFFTRANSPORT, MODELL

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Kälte- und Kryotechnik des Institutes für Energiemaschinen und Maschinenlabor der Technischen Universität Dresden in den Jahren 1996 bis 2002. Allen die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle danken.

Mein besonderer Dank gilt meinem verehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. sc. techn. H. Quack, der diese Arbeit initiiert und stets wohlwollend unterstützt und gefördert hat.

Herrn Prof. Dr.-Ing. N. Mollekopf, Professur für Thermische Verfahrenstechnik und Umwelttechnik der TU Dresden und Herrn Dr. Spiegel, Firma Sulzer Chemtech in Winterthur/Schweiz, danke ich für die anregenden wissenschaftlichen Diskussionen und die Übernahme der Korreferate.

Mein Dank gilt auch der Firma Sulzer Chemtech, insbesondere Herrn Dr. W. Meier, Herrn F. Moser sowie Herrn M. Fischer für die Unterstützung und ihr stetiges Interesse am Fortgang der Arbeit. Ohne ihr Engagement wäre der Aufbau der Versuchsanlage und die umfangreichen experimentellen Untersuchungen nicht möglich gewesen.

Weiterhin möchte ich mich bei den Mitarbeitern des Lehrstuhls bedanken, die durch ihre Hilfsbereitschaft die Durchführung meiner Arbeit unterstützt haben.

Meiner Freundin Sandra Smolin danke ich von Herzen für das entgegengebrachte Verständnis und die Unterstützung während der Anfertigung dieser Arbeit.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	12
1.1 Maldistribution – ein ungelöstes Problem in Stoffaustauschkolonnen	12
1.2 Formulierung des Zieles der Arbeit	19
2 Einfluss der Flüssigkeitsverteiler auf die Trennleistung von Stoffaustauschkolonnen	21
2.1 Einflussgrößen auf die Trennleistung einer Stoffaustauschkolonne	21
2.1.1 Maldistribution und Quervermischung	22
2.1.2 Stoff- und Wärmeaustausch	25
2.2 Flüssigkeitsverteiler	32
2.2.1 Güte eines Flüssigkeitsverteilers	34
2.2.2 Strömungsvorgänge in Verteilern	42
2.3 Schlussfolgerung	45
3 Berechnungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit	50
3.1 Auswahl einer geeigneten Untersuchungsmethode	50
3.2 Genauigkeit numerischer Simulationen	54
3.3 Berechnung der Trennleistung	55
3.3.1 Vereinfachende Annahmen	55
3.3.2 Verwendetes Programm	56
3.3.3 Modellbeschreibung des einfachen Zwei-Kolonnen-Modells	57
3.3.4 Methodik der Auswertung	61
3.3.5 Ergebnisse	62
Modellbeschreibung des modifizierten Zwei-Kolonnen-Modells	68
3.3.6 Ergebnisse	72
3.4 Bewertung der Ergebnisse	77
4 Experimentelle Untersuchungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit	79
4.1 Motivation	79
4.2 Versuchsanlagen	80
4.2.1 Versuchsrektifizierkolonne	80
4.2.1.1 Messtechnik	88
4.2.1.2 Versuchsdurchführung	91
4.2.1.3 Methodik der Auswertung	95
4.2.1.4 Fehlerbetrachtung	96
4.2.1.5 Messergebnisse	100
4.2.1.6 Bewertung der Ergebnisse	105
4.2.2 Verteilerprüfstand	107
4.2.2.1 Bestimmung der Eingangsverteilung der Flüssigkeit	107
4.2.2.2 Betrachtung des Mischvorgangs vor der Neuverteilung	108
4.2.2.3 Messergebnisse	109
4.2.2.4 Bewertung der Ergebnisse	112
4.3 Bewertung der experimentellen Untersuchungsergebnisse	112

5 Anpassung des Modells	114
5.1 Modellbeschreibung nach Anpassung von Modellparametern.....	114
5.2 Ergebnisse.....	121
5.3 Bewertung der Ergebnisse.....	128
6 Vorschläge für neuen Flüssigkeitsverteiler	129
7 Zusammenfassung und Ausblick	132
Anhang.....	135
Literaturverzeichnis	145

Formelzeichen und Indizes

Lateinische Formelzeichen

A_K	m^2	Kolonnenquerschnitt
a_e	m^2/m^3	effektive Stoffaustauschfläche
c_p	$\text{kJ}/(\text{kg K})$	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck
c_V	-	Abflussbeiwert
D	m	Durchmesser
D_{Kolonne}	m	Durchmesser der Kolonne
D_{VZ}	m	Durchmesser einer Verteiler-Zone mit lokal begrenztem Mischvorgang
\bar{D}_{VZ}	m	mittlerer Durchmesser einer Verteiler-Zone mit lokal begrenztem Mischvorgang
D_Q	%	Verteilerqualität
\dot{D}	kmol/s	Kopfproduktstrom
E_M	-	Boden-Wirkungsgrad
E_O	-	Kolonnen-Wirkungsgrad
F	m^2	Fläche einer Ausflussöffnung
$F\text{-Faktor}$	$\text{Pa}^{0,5}$	übliche Einheit zur Beschreibung der Dampf- bzw. Gasbelastung
g	m/s^2	Erdbeschleunigung
G	S	elektrischer Leitwert
H	m	Höhe
$HETP$	m	Packungshöhe, die einer theoretischen Stufe entspricht
HTU	m	Höhe einer Übertragungseinheit
HTU_{OV}	m	Höhe einer auf die Dampfseite bezogenen overall-Übertragungseinheit
k_{OV}	$\text{kmol}/(\text{s m}^2 \text{ Pa})$	auf die Dampfseite bezogener overall-Stoffdurchgangskoeffizient
l	m	Länge
\dot{L}^{vol}	m^3/s	Flüssig-Volumenstrom
\dot{L}	kmol/s	Flüssig-Molenstrom
M	kg/kmol	Molmasse
M	-	Mischungsgrad
M_f	-	Maldistributionsfaktor
MI	-	Maldistribution Index
N	-	Anzahl

NTS	-	Anzahl theoretischer Stufen
NTS^*	-	echte Anzahl theoretischer Stufen (ohne Maldistribution)
NTS_λ	-	wirksame Anzahl theoretischer Stufen (mit Maldistribution)
$NTSM$	1/m	Anzahl theoretischer Stufen pro Meter
$NTSM_\lambda$	1/m	wirksame Anzahl theoretischer Stufen pro Meter (mit Maldistribution)
NTU_V	-	Anzahl der auf die Dampfseite bezogenen Übertragungseinheiten
NTU_{OV}	-	Anzahl der auf die Dampfseite bezogenen overall-Übertragungseinheiten
p	Pa	Druck
p_i	Pa	Partialdruck der Komponente i
$p_{S,i}$		Dampfdruck der Komponente i
q	-	Trennfaktor
\dot{Q}_{KW}	kJ	Kälteleistung
r	-	Rücklaufverhältnis
r_{min}	-	minimales Rücklaufverhältnis
R	kJ/(kmol K)	= 8,314 allgemeine Gaskonstante
s	-	Standardabweichung
T	K	Temperatur
\bar{u}	m/s	lokale Strömungsgeschwindigkeit
u^V	m/s	Dampfgeschwindigkeit in der Kolonne
u^L	m/s	Flüssigkeitsgeschwindigkeit in der Kolonne
v_M	-	Verteilungskoeffizient für Zwei-Kolonnen-Modell
\dot{V}	kmol/s	Dampf-Molenstrom
x_i	kmol/kmol	molarer Anteil der Komponente i in der Flüssigkeit
x^*	kmol/kmol	molarer Anteil in der Flüssigkeit im Phasengleichgewicht
\bar{x}	kmol/kmol	mittlerer molarer Anteil der Komponente i in der Flüssigkeit
y_i	kmol/kmol	molarer Anteil der Komponente i in der Dampfphase
y^*	kmol/kmol	molarer Anteil in der Dampfphase im Phasengleichgewicht

Griechische Formelzeichen

α	-	relative Flüchtigkeit
Δ	-	Differenz
λ	-	Parameter für bewusst aufgeprägte Maldistribution
λ_N	1/m	Parameter für packungsspezifische Maldistribution
λ_r	-	Parameter für Maldistribution zwischen Ausflussöffnungen in offenen Kanälen von Flüssigkeitsverteilern
λ_G	-	Parameter für Maldistribution der elektrischen Leitfähigkeit
μ	-	Einschnürungsbeiwert für Ausfluss durch Öffnungen
ρ	kg/m ³	Dichte
ζ	-	Verlustbeiwert für Reibungsverluste durch Strömungswiderstände

Indizes hochgestellt

L	in der Flüssigphase
V	in der Dampfphase

Indizes tiefgestellt

O	Ausgangszustand
A	A-Seite
B	B-Seite
CD	cis-Dekalin
K	Kolonnenkopf
I	flüssig
L	links
R	rechts
rel	relativ
s	fest
S	Kolonnensumpf
TD	trans-Dekalin
v	gasförmig
V	Dampf bzw. Gas

1 Einleitung

1.1 Maldistribution – ein ungelöstes Problem in Stoffaustauschkolonnen

Die Verfahrenstechnik ist als Stoffwandlungstechnik zu einem erheblichen Teil an der gesamten Industrieproduktion der Welt beteiligt. Insbesondere zählen hierzu folgende Industriezweige:

- Chemische und Pharmazeutische Industrie
- Erdgas- und Erdölindustrie
- Kunststoffindustrie
- Nahrungsmittelindustrie
- Pflanzenschutz- und Düngemittelindustrie
- Umweltschutz
- Ver- und Entsorgungstechnik

Die Erzeugnisse dieser Industriezweige decken einen großen Teil des Bedarfs an Verbrauchsgütern und bestimmen maßgeblich den Lebensstandard und die Lebensqualität in einer Gesellschaft. So sind beispielsweise flüssige oder gasförmige Industriegase für viele Bereiche unseres Lebens unverzichtbar: Von der Lebensmittelindustrie bis zur Metallurgie und Mikroelektronik, von der Chemie bis zum Umweltschutz reicht das Spektrum an Verfahren für den Einsatz von Gasen in Industrie, Forschung und Medizin.

Die Gewinnung und Reinigung der heute in größerem Umfang technisch verwendeten Gase erfolgt entweder durch Reaktion (z.B. Wasserstoff durch Elektrolyse) oder durch Abtrennung aus Stoffgemischen (Sauerstoff und Stickstoff aus Luft, Helium aus Erdgas). Das Abtrennen von Komponenten aus Stoffgemischen ist deshalb eine der wichtigsten Aufgaben der Verfahrenstechnik. Dabei haben sich thermische Trennverfahren, wie beispielsweise die Rektifikation in Stoffaustauschkolonnen, als besonders wirtschaftlich erwiesen. In derartigen Rektifikationsanlagen findet eine Verkettung von mehreren Destillationsschritten durch gezielte Gegenstromführung von Dampf und Flüssigkeit statt [9].

Für einen effektiven Stoffaustausch und um den vielfältigen Anforderungen zu entsprechen, denen eine Rektifikationsanlage zu genügen hat, werden auf dem Markt zahlreiche verschiedenartige Kolonneneinbauten angeboten. Seit einigen Jahrzehnten ist es üblich, in den Stoffaustauschkolonnen Schüttungen aus Füllkörper oder Packungen, insbesondere strukturierte bzw. geordnete Packungen einzusetzen, wie es in **Abbildung 1-1** dargestellt ist ([21], [35]). In diesen Fällen werden Stoffaustauschkolonnen gewöhnlich als Füllkörper- bzw. Packungskolonnen bezeichnet. Die Wirksamkeit ihrer Austauschelemente hängt sehr stark von der gleichmäßigen Benetzung ihrer Oberfläche mit Rücklaufflüssigkeit und von der Einhaltung eines über den Querschnitt gleichen Dampf- und Flüssigkeitsdurchsatzes ab. Deshalb erfolgt die Aufgabe der Flüssigkeit und die Einleitung des Dampfes mit großer Sorgfalt. Dennoch entwickelt sich in einer realen Kolonne aufgrund widriger Umstände aus einer hydraulisch

gleichmäßigen Eingangsverteilung eine hydraulische Ungleichverteilung. Infolge hydraulischer Ungleichverteilung entstehen immer auch Konzentrations- und damit Temperaturunterschiede über dem Querschnitt. Dadurch vermindert sich der Stoffaustausch erheblich. Um dennoch eine hohe Produktreinheit zu realisieren, muss man in der Praxis die Kolonnenhöhe von Beginn an größer spezifizieren bzw. mit großem zusätzlichen Energieaufwand das Rücklaufverhältnis erhöhen. Insofern ist die Gleichverteilung von Dampf und Flüssigkeit in den Stoffaustauschkolonnen von größter Wichtigkeit.

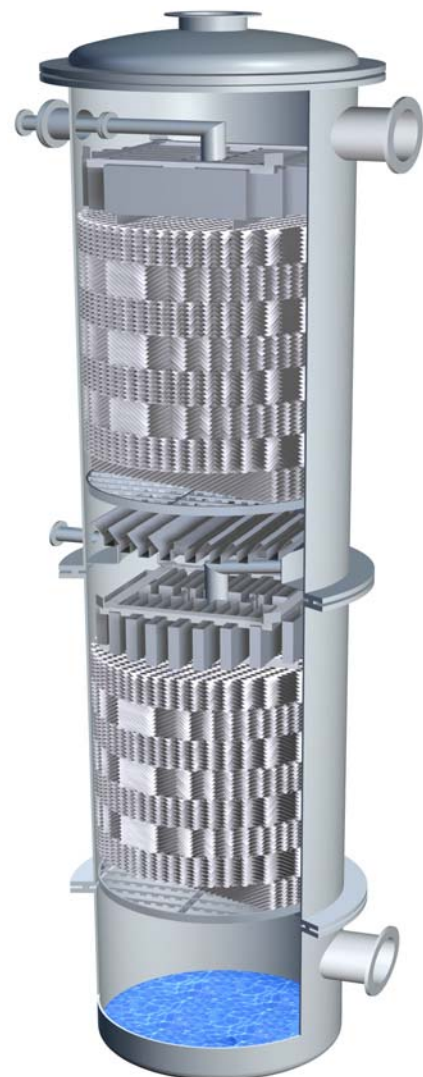
Wenn Stoffströme aufgrund widriger Umstände, wie z.B.

- schiefer Kolonnen oder Verteiler
- schlechter Flüssigkeitsaufgabe
- ungleicher Symmetrie der umströmten Zwischenverteiler
- Anisotropie der Füllkörperschüttung bzw. Packung
- ungenügender Randabdichtung zur Kolonnenwand

über dem Kolonnenquerschnitt eine Ungleichverteilung des Dampf- und Flüssigkeitsdurchsatzes aufweisen, spricht man von Maldistribution. Da die Ungleichverteilung der Dampfphase eher eine seltene Form der Maldistribution ist (vgl. Kapitel 2.1.1), wird in dieser Arbeit hauptsächlich die Flüssigkeitsfehlverteilung betrachtet. Diese zeigt sich zum Beispiel in Form von Kanalströmung, Randgängigkeit oder auch großflächiger schlechter Benetzung [37]. **Abbildung 1–2** zeigt Beispiele für Formen der Maldistribution.

Obwohl die Formen der Maldistribution seit langem bekannt sind und das Verständnis über die Maldistribution inzwischen umfangreich ist, wird die Maldistribution immer noch mit relativ großem Aufwand bekämpft. Ein Ziel der Forschung und Entwicklung ist daher eine effizientere Verhinderung der Maldistribution.

Abbildung 1–1: Schematische Darstellung einer geflanschten Stoffaustauschkolonne mit zwei Packungssektionen und einem Zwischenverteiler [Quelle: Fa. Sulzer Chemtech]



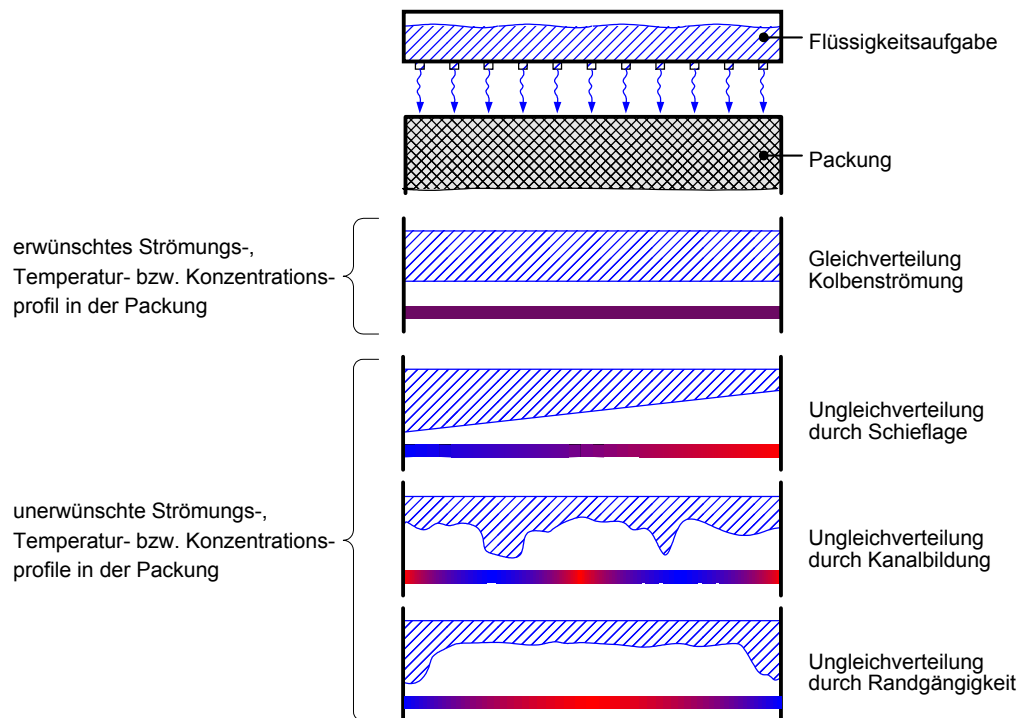


Abbildung 1–2: Beispiele von sich ausbildender hydraulischer Gleich- bzw. Ungleichverteilung der flüssigen Phase (blaue Schraffur) und den jeweiligen Auswirkungen auf das Temperatur- und Konzentrationsprofil (blaurote Schattierung) in der Packung

In Kolonnen mit kleinem Kolonnendurchmesser ($< 0,5 \text{ m}$) gelingt es einer modernen Packung Flüssigkeit und Dampf nahezu vollständig über den gesamten Kolonnenquerschnitt zu vermischen und damit die Entstehung von Konzentrationsunterschiede hinreichend einzuschränken. Bei größeren Kolonnendurchmessern ist die Ausgleichswirkung der Packung unzureichend und somit die Maldistribution einflussreich ([6], [10], [14]). Um jedoch einer Verringerung der Trennleistung entgegenzuwirken, sind in derartige Kolonnen Vorrichtungen zum Sammeln und Neuverteilen der Flüssigkeit eingebaut. Diese so genannten Zwischenverteiler sind über die gesamte Kolonnenhöhe verteilt und sollen den Einfluss einer im Kolonnenabschnitt darüber bereits bestehenden Maldistribution so dämpfen, dass der Kolonnenabschnitt darunter nicht „vorbelastet“ wird. Dazu wird die Flüssigkeit gesammelt und zusätzlich gemischt, um mögliche Konzentrationsunterschiede auszugleichen. Außerdem soll durch eine Neuverteilung ein gleichmäßiger Flüssigkeitsdurchsatz über dem Querschnitt des darunter liegenden Kolonnenabschnittes realisiert werden. Der Aufbau und die genaue Anzahl der Zwischenverteiler und ihre Abstände zueinander richten sich nach verschiedenen Einflussgrößen, wie z.B.

- Kolonnendurchmesser
- Art der Austauschelemente
- Höhe einer Füllkörperschicht bzw. einer Packungssektion
- Trennaufgabe
- Dampf- und Flüssigkeitsbelastung

Üblich sind Abstände von maximal 4 bis 8 m, so dass in einer Packungssektion nicht mehr als 20 Trennstufen realisiert werden. In all diesen Fällen benötigt die Neuverteilung viel Höhe, etwa 2,5 m [39]. Hauptursache für die Höhe ist der Wunsch nach Konzentrationsausgleich. Dieser Wunsch erfordert ein Zusammenführen des gesamten Flüssigkeitsstroms und die von einer zentralen Stelle ausgehende Neuverteilung. Dadurch kommt es im Zwischenverteiler zu großen Querströme. Die hydraulische Feinverteilung erfolgt in mehreren übereinander angeordneten hohen Verteilerstufen.

Industrielle Anlagen zur Stofftrennung benötigen häufig 10 oder mehr derartige Zwischenverteiler in einer einzigen Kolonne. Dies führt dazu, dass alle notwendigen Vorrichtungen zum Sammeln und Verteilen der Rücklaufflüssigkeit zusammengekommen etwa ein Viertel der gesamten Kolonnenhöhe beanspruchen. Da die Kolonnenhöhe aber wesentlich die Investitionskosten beeinflusst und der Kolonnenmantel mit ca. 50 % einen bedeutenden Anteil an den Investitionskosten einer Stoffaustauschkolonne darstellt, haben die Flüssigkeitsverteiler auch unter betriebswirtschaftlichen Aspekten eine Schlüsselfunktion [8]. Aus diesem Grunde haben sowohl Hersteller als auch Betreiber solcher Anlagen ein großes Interesse an funktionierenden und zudem flach ausgeführten Verteilerkonstruktionen.

Dem Anwender steht heute eine große Anzahl von Sammel- und Verteilvorrichtungen für Flüssigkeiten zur Auswahl, die mit großem Aufwand versuchen, die gewünschte gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung in den beschriebenen Stoffaustauschkolonnen zu erreichen (siehe **Abbildung 1–3**).

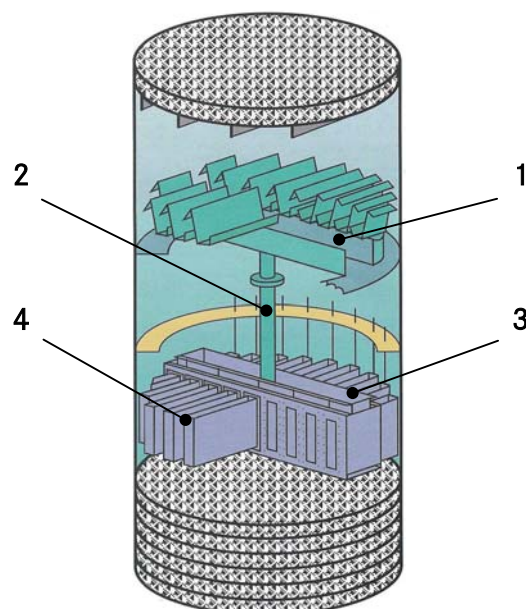


Abbildung 1–3: Schema eines konventionellen Zwischenverters für Kolonnendurchmesser ab 0,8 m, bestehend aus einem Flüssigkeitssammler mit Ringkanal 1 und einem langen zentralen Zulaufrohr 2 zum Flüssigkeitsverteiler mit Hauptkanal-System 3 und Armkanal-System 4 [50]

Für die Auslegung, Berechnung und Fertigung der Flüssigkeitsverteiler entwickelten die Hersteller verschiedene Verteiltechnologien. Diese sichern optimale Verteilqualität, -dichte, -geometrie und geeignete Ausflusssysteme [44]. Problematisch ist dabei der Umstand, dass es bis heute keinen eindeutigen allgemein gültigen Standard zur Bewertung der verfügbaren Flüssigkeitsverteiler gibt, die Effektivität einer Kolonne jedoch in entscheidendem Maße von der Leistungsfähigkeit der eingesetzten Kolonneneinbauten abhängt.

Dies wird besonders verständlich, wenn man berücksichtigt, dass Flüssigkeitsverteiler häufig aufgrund der Konstruktion, Fertigung, Montage oder der Betriebsbedingungen keine hydraulische Gleichverteilung der flüssigen Phase bewirken [19]. Zudem lassen im Rahmen dieser Arbeit gewonnene experimentelle Untersuchungsergebnisse eine weitere Form der Unvollkommenheit der Neuverteilung erkennen (vgl. Kap. 4.2.2.3). Die an dieser Stelle vorweggenommene Erkenntnis ist, dass unter Umständen im Zwischenverteiler nur ein unvollständiger Konzentrationsausgleich gelingt, wie es das untere Beispiel in der **Abbildung 1–5** veranschaulicht.

Abbildung 1–4 und **Abbildung 1–5** deuten beispielhaft Formen der hydraulischen und stofflichen Ungleichverteilung an. Möglich ist auch die Gleichzeitigkeit von hydraulischer und stofflicher Ungleichverteilung, wie es **Abbildung 1–6** darstellt. Demnach kann eine Maldistribution neu entstehen bzw. eine bereits bestehende Maldistribution nur unzureichend gedämpft oder sogar verstärkt werden. In diesen Fällen ist es in Bezug auf den Stoffaustausch von Bedeutung, was die Packung daraus macht, denn Packungen neigen dazu, eine aufgeprägte bzw. von oben kommende Ungleichverteilung abzuschwächen, beizubehalten oder sogar zu verstärken [30]. Darüber hinaus beeinflusst die Packung auch wesentlich die Dampfquerverteilung, die der Maldistribution entgegenwirkt.

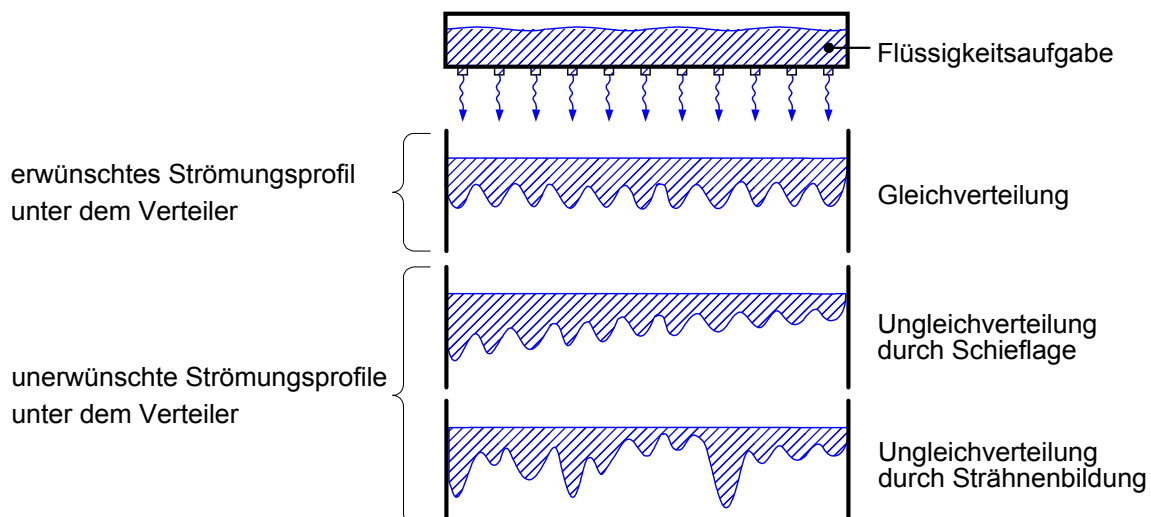


Abbildung 1–4: Beispiele von aufgeprägter hydraulischer Gleich- bzw. Ungleichverteilung (blaue Schraffur), wie sie durch gut bzw. schlecht funktionierende Verteiler unmittelbar bei der Flüssigkeitsaufgabe verursacht wird

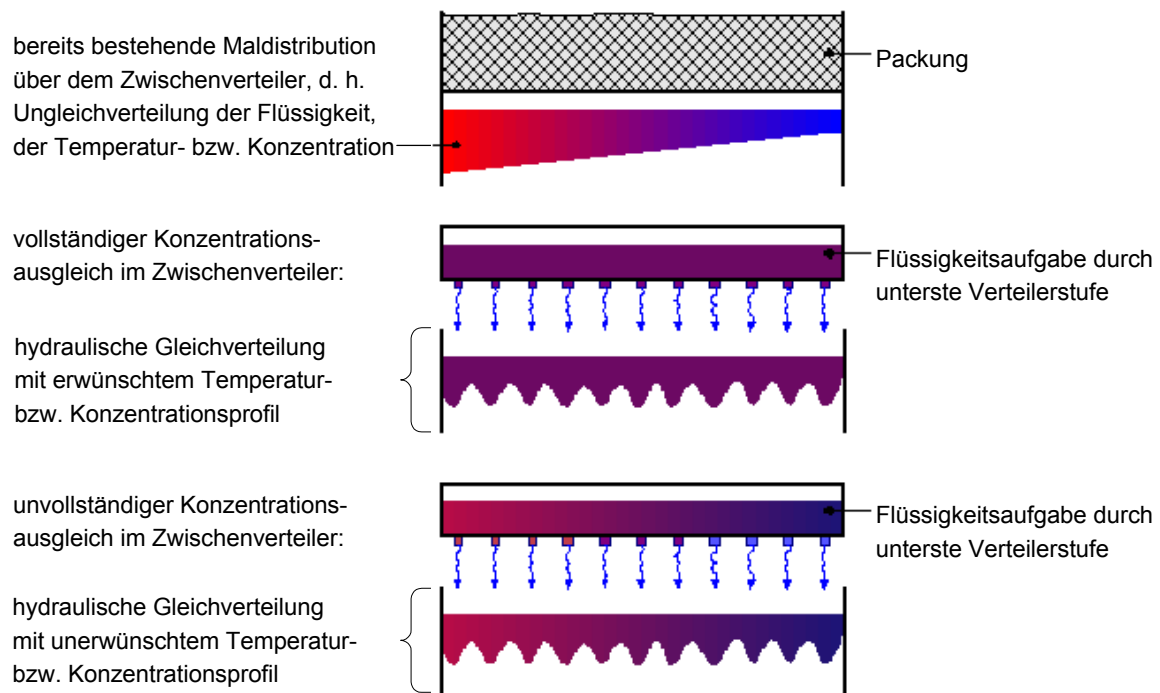


Abbildung 1-5: Beispiele von aufgeprägter Gleich- bzw. Ungleichverteilung der Konzentration bzw. der Temperatur, unmittelbar bei der Flüssigkeitsaufgabe. Verursacht durch einen hydraulisch gut funktionierenden Zwischenverteiler, der die gesammelte Rücklaufflüssigkeit gut bzw. schlecht mischt, wobei im Kolonnenabschnitt über dem Zwischenverteiler eine bereits existierende Maldistribution angenommen wird.

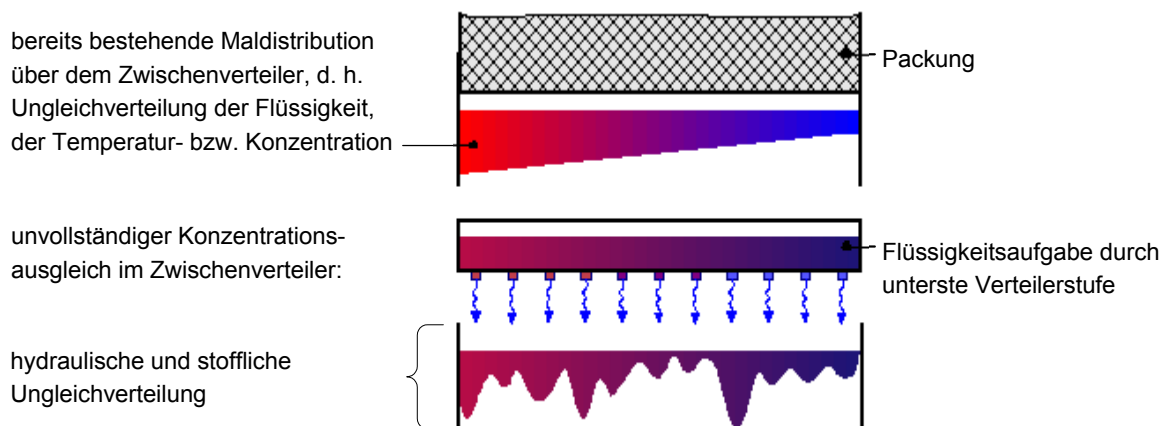


Abbildung 1-6: Beispiel für eine sehr schlechte Neuverteilung, eine bereits existierende Maldistribution wird nur unzureichend gedämpft. Dadurch verbleibt eine unerwünschte stoffliche und hydraulische Ungleichverteilung.

Anhand der bereits genannten möglichen Unzulänglichkeiten lässt sich ableiten, dass die quantitative und qualitative Beschreibung von realen Flüssigkeitsverteilern schwerfällt. Verteiler mit großen Querströmen sind somit schwer berechenbar und erfordern daher viel Konstruktions- und Testaufwand. Bei den Tests wird gewöhnlich Wasser als Flüssigkeit ver-

wendet. Allerdings unterscheidet sich Wasser in seinen physikalischen Eigenschaften, wie z.B. Dichte, Viskosität und Oberflächenspannung, sehr von den in der Praxis eingesetzten Stoffsystemen [1]. Dadurch ist eine Übertragbarkeit der Testergebnisse auf reale Trennprozesse nur bedingt möglich. Darüber hinaus wäre ein tieferes Verständnis auch für die Auslegung einer Stoffaustauschkolonne von großem Nutzen, denn die Vorausberechnung verlangt genaue Kenntnisse über die Wechselwirkung zwischen der Fluidodynamik und den Stoffaustauschvorgängen.

Die bisher veröffentlichten Messungen und numerischen Simulationsmodelle zur Maldistribution betrachten hauptsächlich die Wirkung der Eingangsverteilung durch den höchsten, im Kolonnenkopf platzierten Flüssigkeitsverteiler und berücksichtigen nicht wie **SCHULTES** [36] auch die Zwischenverteiler. Andere Untersuchungen gehen von idealer Neuverteilung im Zwischenverteiler aus, d.h. von vollständigem Konzentrations- und Temperatenausgleich sowie gleichmäßiger Eingangsverteilung der Flüssigkeit und des Dampfes [39]. So etwas lässt sich technisch nur im Labormaßstab realisieren, kaum aber in industriellen Trennapparaten mit einem Kolonnendurchmesser von teilweise über 10 m [7]. Die **Abbildung 1–5** deutet an, dass trotz hydraulischer Gleichverteilung eine Ungleichverteilung der Temperatur und Konzentration über dem Kolonnenquerschnitt bestehen bleiben kann¹. Wie sehr sich dadurch der Stoffaustausch verschlechtert ist unklar und noch nicht untersucht worden. Insofern sind die Resultate der vorgestellten numerischen Simulationsmodelle zur Maldistribution nicht ohne weiteres auf Auslegungsmodelle oder reale Stoffaustauschkolonnen übertragbar.²

Fazit:

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Situation zwar sehr vielschichtig ist, es aber eindeutige Aussagen und Anknüpfungspunkte gibt:

- Mit gegenwärtigen Verteilern versucht man gleichzeitig den Konzentrations- und den hydraulischen Ausgleich; man weiß jedoch nicht, welcher von beiden wichtiger ist.
- Es ist klar, dass das Bemühen um Konzentrationsausgleich es schwierig macht, einen sehr guten hydraulischen Ausgleich herzustellen.
- Wenn sich herausstellen sollte, dass der hydraulische Ausgleich sehr viel wichtiger ist als der Konzentrationsausgleich, könnte man über neue Richtlinien für die Auslegung von Verteilern nachdenken.
- Es existiert kein standardisierter Bewertungsmaßstab für Verteiler.
- Die Vorstellungen über das Zusammenspiel zwischen Verteiler und Packung sind unklar.

Aus diesen Überlegungen lässt sich die Formulierung des Ziels der Arbeit ableiten.

¹ Da zwischen der Temperatur und der Konzentration ein direkter Zusammenhang besteht, wird nachfolgend zur Vereinfachung nur noch die Konzentration genannt.

² Gemäß persönlicher Mitteilung von Herrn Dr. Lothar Spiegel (Fa. Sulzer Chemtech) 28.06.1999

1.2 Formulierung des Zieles der Arbeit

Nachdem im vorherigen Kapitel dargestellt wurde, wie zahlreich Flüssigkeitsverteiler in Stoffaustauschkolonnen eingesetzt werden und wie sie die Funktion und die Wirtschaftlichkeit der Trennapparate beeinflussen, stellt sich die Frage, wie sich die Bauhöhe der Flüssigkeitsverteiler reduzieren lässt.

⇒ Eine mögliche Antwort auf diese Frage leitet sich aus der folgenden Hypothese ab:

Der Verzicht auf einen vollständigen Konzentrationsausgleich könnte die Neuverteilung erleichtern.

Von daher und als Schlussfolgerung aus Kapitel 1.1 ist das Ziel der Arbeit eine

- Ermittlung der Wichtigkeit des hydraulischen Ausgleichs bzw. Konzentrationsausgleichs
- quantitative Aussage zur Auswirkung eines Verzichtes auf Konzentrationsausgleich
- Angabe von Vorschlägen für Verteilerkonstruktionen für optimale hydraulische Verteilung

Der Weg zum Ziel führt über Modellrechnungen und Tests.

Dazu wird in der vorliegenden Arbeit der Frage nachgegangen, welche Bedeutung die spezifischen Eigenschaften der Zwischenverteiler für die Trennleistung der Kolonne hat. Anhand konventioneller Verteilerkonzepte werden typische Ursachen für eine Ungleichverteilung der Flüssigkeit aufgezeigt und die Folgen für die Trennleistung einer Füllkörper- oder Packungskolonne dargelegt. Die daraus resultierende Ansätze für eine Verbesserung der Verteiler und der Kolonne sollen durch numerische Simulation überprüft werden.

Eine durchgeführte Literaturschau ergab, dass eine ausführliche Modellierung der Wirkung der Zwischenverteiler bisher nicht existiert. Somit ist die Entwicklung eines Modells zur numerischen Simulation der Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit unter Berücksichtigung der Maldistribution und des Konzentrationsausgleichs und deren Einfluss auf die Trennleistung einer Füllkörper- oder Packungskolonne eine wesentliche Teilaufgabe. Hierzu soll mit Hilfe einer herkömmlichen Standardsoftware für Prozesssimulation als Entwicklungsumgebung ein Modell erarbeitet werden, das vom bekannten Zwei-Kolonnen-Modell als Lösungsansatz ausgeht. Das neue Modell soll folgendes ermöglichen:

- die Beschreibung der wichtigsten Einflüsse durch Parameter
- eine einfache Handhabung
- die Generierung verständlicher Ergebnisse
- eine experimentelle Überprüfung

Wie der letzte Punkt bereits andeutet, soll das Modell durch experimentelle Untersuchungen in einer Rektifikationskolonne mit geordneter Packung bei totalem Rücklauf verifiziert

werden. Aus den Ergebnissen der numerischen Simulation und der experimentellen Untersuchungen sollen unter anderem folgende Fragen beantwortet werden:

- Wie wichtig ist ein vollständiger Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung ?
- Müssen die Flüssigkeitsverteiler in einer Kolonne überall gleich gut sein ?
- Ergeben sich Möglichkeiten für einfachere, weniger Höhe beanspruchende Zwischenverteiler ?
- Ergeben sich daraus Chancen für unterschiedlich erlaubte Betthöhen ?
- Lässt sich eine lokal begrenzte, regellose Ungleichverteilung, die so genannte natürliche Ungleichverteilung, modellieren ?
- Ist die Quervermischung innerhalb der Packungen beschreibbar ?
- Ergeben sich daraus Hinweise auf mögliche Verbesserungen von Packungs-Strukturen ?

Die Arbeit ist wie folgt gegliedert: Das Kapitel 2 gibt einen Überblick über den Stand des Wissens und die Strömungsvorgänge im Verteiler. Die Betrachtung der Strömungsvorgänge im Verteiler soll verdeutlichen, wie schwer es ist, Konzentrationsausgleich und hydraulische Gleichverteilung gleichzeitig zu realisieren. Außerdem soll in diesem Kapitel dargestellt werden, warum Verteiler nur schwer berechenbar sind und daher jede Neukonstruktion ausgemessen werden muss.

Kapitel 3 stellt ein modifiziertes Zwei-Kolonnen-Modell vor. Darüber hinaus werden die Ergebnisse der Simulation vorgestellt und diskutiert.

Im Kapitel 4 werden die für die experimentelle Untersuchung verwendete Mess- und Anlagentechnik, die Erzeugung der Ungleichverteilung, das Sammeln und Neuverteilen der Rücklauf-Flüssigkeit, die Probenentnahme und -analyse sowie deren Ergebnisse beschrieben. Ferner enthält Kapitel 4 Erläuterungen zu den Untersuchungen der Neuverteilung der Rücklauf-Flüssigkeit. Diese beschreiben den Einfluss des Konzentrationsausgleichs auf die Trennleistung der Kolonne. Außerdem wird im Kapitel 4 die Abhängigkeit der Trennleistung von der Größe der Gasbelastung (*F-Faktor*) und dem Ausmaß der Ungleichverteilung untersucht.

Kapitel 5 beschreibt das Kolonnenmodell für die Simulation entsprechend den neuen, experimentell ermittelten Kenntnissen.

Im Kapitel 6 werden Überlegungen für die Auslegung und den Einsatz neuer Flüssigkeitsverteiler vorgestellt.

Eine Zusammenfassung und ein Ausblick im Kapitel 7 beschließen die Arbeit.

Im Anhang befinden sich Anmerkungen zur Simulation und schematische Darstellungen verschiedener Modellversionen der Flüssigkeitsverteilung, welche im Text nicht gesondert aufgeführt werden.

2 Einfluss der Flüssigkeitsverteiler auf die Trennleistung von Stoffaustauschkolonnen

Die Hauptaufgabe eines Flüssigkeitsverteilers ist die gleichmäßige Aufteilung der Rücklauf- flüssigkeit auf die darunter liegende Füllkörperschicht bzw. Packung. Zwischenverteiler haben die zusätzliche Aufgabe, Konzentrationsunterschiede in der Rücklauf flüssigkeit möglichst vollständig auszugleichen.

Um die Wirkungsweise der Flüssigkeitsverteiler in Füllkörper- und Packungskolonnen richtig zu modellieren und das eventuell vorhandene Verbesserungspotenzial zu beurteilen, müssen zunächst die wesentlichen Einflüsse auf die Trennleistung bekannt sein. Daraus resultiert die Gliederung dieses Kapitels, in dem zunächst in Kapitel 2.1 die Einflussgrößen auf die Trennleistung der Kolonnen und dann in Kapitel 2.2 die maßgeblichen Verteilereigenschaften behandelt werden. Abschließend wird in Kapitel 2.3 zusammenfassend verdeutlicht, welche Veränderungen hypothetisch das größte Potenzial für die Reduzierung der Verteilerbauhöhe darstellen.

2.1 Einflussgrößen auf die Trennleistung einer Stoffaustauschkolonne

Die in Stoffaustauschkolonnen verwendeten Schichtungen aus Füllkörpern und Packungen zeichnen sich durch einen geringeren Druckverlust bei gleichzeitig hoher Trennstufenzahl je Höhe aus.¹ Der verhältnismäßig hohe Preis der strukturierten Packungen wird in vielen Anwendungsfällen durch kleinere Kolonnenabmessungen und damit geringere Anlagenkosten ausgeglichen [22].

Die große Bedeutung der Trennleistung der Packungskolonnen für die Wirtschaftlichkeit der Trennapparaturen war immer wieder Anreiz für verschiedene Forschungsarbeiten, um ein besseres Verständnis über die relevanten Einflussgrößen zu erlangen. Diese führten zu der Auffassung, dass eine adiabat betriebene Packungskolonne im stationären Zustand nicht nur durch die von den Kolonneneinbauten unabhängigen Größen, wie z.B. Stoffeigenschaften, Phasengleichgewichte und Belastung der Kolonne, beeinflusst wird, sondern auch durch folgende Faktoren:

- Effektive Austauschfläche der Packungen
- Ausprägung der Maldistribution
- Art und Weise des Stoff- und Wärmeaustausches

Obwohl eine gute Spreitung der Flüssigkeit auf Füllkörper- oder Packungsoberflächen, d.h. eine vollständige und stabile Feststoffbenetzung, eine Grundbedingung für einen effektiven

¹ Zur Vereinfachung ist in dieser Arbeit nachfolgend anstelle von Füllkörper und Packung überwiegend nur von Packung die Rede.

Stoff- und Wärmeaustausch darstellt [38], war die effektive Austauschfläche der Packung nicht Gegenstand der hier durchgeführten Untersuchungen. Ausschlaggebend dafür war, dass die untersuchte Konzentrationsungleichverteilung keinen Einfluss auf die effektive Austauschfläche hat und eine hydraulisch ungleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe durch den Verteiler die effektive Austauschfläche nur in Bereichen sehr niedriger Flüssigkeitsbelastung reduziert. Daher beschränkt sich der Inhalt der nachfolgenden Kapitel auf die Beschreibung der beiden zuletzt genannten Faktoren. Dabei soll verdeutlicht werden, wie die Maldistribution den Stoff- und Wärmeaustausch verschlechtert.

2.1.1 Maldistribution und Quervermischung

Da die lokal übergehende Stoffmenge in durchströmten Packungen neben der Benetzung und dem lokalen Stoffübergangskoeffizienten auch von der treibenden lokalen Konzentrationsdifferenz abhängt, ist das lokale Konzentrationsprofil im Dampf und in der Flüssigkeit ausschlaggebend.

Strukturierte bzw. geordnete Packungen bestehen aus sich regelmäßig wiederholenden komplexen Strukturen– den Packungselementen. Sie werden vorgefertigt und innerhalb der Kolonne in mehreren Lagen zu Packungssektionen übereinander geschichtet. Bei Kolonnen mit großem Kolonnendurchmesser oder bei ungünstigen Montagebedingungen (z.B. Einbau durch ein Mannloch) besteht jede Lage aus mehreren Teilen. Die so genannten segmentierten Packungen haben den Nachteil, dass sie eine Ansammlung von unerwünschten Stoßkanten erzeugen (siehe **Abbildung 4–10**). Diese Stoßkanten können eine Ursache für das Entstehen von Ungleichverteilung sein, da in diesen Bereichen Dampf bevorzugt aufwärts und Flüssigkeit abwärts strömt. Analoge Verhältnisse ergeben sich in den Randbereichen der Packungssektion nahe der Kolonnenwand. Trotz der geordneten Struktur weisen Packungssektionen Anisotropien auf, die zu ungleichmäßigen Strömungsverhältnissen in der Dampf- und Flüssigphase führen können [30].

Die Dampf- und Flüssigkeitsverteilung in Packungen wurde in zahlreichen Forschungsarbeiten untersucht. Dabei gelang es, durch Variieren von Parametern, wie z.B.

- Dampf- und Flüssigkeitsbelastung
- Art der Flüssigkeitsaufgabe
- Höhe der Packungssektion
- eingesetztes Stoffsystem

die Formen der Maldistribution und ihre Abhängigkeit von verschiedenen Einflussgrößen kennenzulernen. Es zeigte sich, dass Art und Ausmaß der Maldistribution sehr unterschiedlich sein können. Im Sinne einer eindeutigen Zuordnung werden folgende Formen der Maldistribution unterschieden:

- Ungleichverteilung in der Dampfphase

- großräumige Ungleichverteilung in der Flüssigphase
- natürliche Ungleichverteilung in der Flüssigphase

Ungleichverteilung in der Dampfphase

Eine ungleichförmige Strömung der Dampfphase kann sich aus verschiedenen Unvollkommenheiten entwickeln, wie z.B.

- einer unsymmetrischen Dampfaufgabe unterhalb der Packungssektion
- einer ungleichen Symmetrie der umströmten Zwischenverteiler
- einer unvollständigen Randabdichtung

Die in der Literatur dargestellten Untersuchungen zur Ungleichverteilung in der Dampfphase lassen erkennen, dass diese Form der Maldistribution eher selten auftritt, insbesondere bei Trennapparaten mit kleinem Kolonnendurchmesser ([2], [24], [40]).

Untersuchungen verschiedener Arbeitsgruppen führten zu der Erkenntnis, dass die Strömung der Dampfphase unterhalb einer bestimmten Strömungsgeschwindigkeit nur einen unwesentlichen Einfluss auf die Flüssigkeitsverteilung ausübt. Die von **ALI** [2] sowie **MOORE** und **RUKOVENA** [24] diesbezüglich publizierten experimentellen Ergebnisse werden von **STIKKELMAN** [40] durch eigene Maldistributionsversuche mit Zweiphasengegenstrom von Luft und Wasser in einer Kolonne mit 0,5 m Durchmesser bestätigt und ergänzt. Er stellt darüber hinaus fest, dass eine absichtlich herbeigeführte Ungleichverteilung der Flüssigkeit in einer Packungsschicht eine vergleichsweise geringe Ungleichverteilung des Dampfes in dieser Packungsschicht bewirkt.

Um eine Ungleichverteilung in der Dampfphase zu verhindern, wurde bei den experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit eine symmetrische Dampfströmung sowie eine gute Randabdichtung durch zwei Randkragen je Packungslage angestrebt.

Großräumige Ungleichverteilung in der Flüssigphase

Während die Strömung der Dampfphase infolge des ausgleichend wirkenden Druckverlustes nahezu einer Kolbenströmung gleicht, ist eine radial gleichmäßige Verteilung der Flüssigkeit sehr viel schwieriger zu realisieren. Hat sich eine Ungleichverteilung in der flüssigen Phase gebildet, ist die Wahrscheinlichkeit für eine bleibende Fehlverteilung groß. Ursache dafür ist, dass trotz Ungleichverteilung auf die Flüssigkeit keine großen verteilungsregulierenden Rückstellkräfte wirken. Bestenfalls entsteht ein labiles Gleichgewicht.

Die großräumige Ungleichverteilung in der Flüssigphase (englisch: *large scale maldistribution* oder einfach nur *maldistribution*) wird meist durch fehlerhafte Konstruktion, Fertigung oder Montage der Kolonneneinbauten verursacht, hauptsächlich durch eine Kolonnenneigung oder eine mangelhafte Flüssigkeitsaufgabe durch Verteiler ([18], [19], [24], [43]). Die Praxis zeigt außerdem, dass auch betriebsbedingte Veränderungen, wie beispielsweise Fouling und Korrosion, großräumige Ungleichverteilungen bewirken können [11].

Um in der vorliegenden Arbeit den Einfluss des Konzentrationsausgleichs im Zwischenverteiler zu untersuchen, wird eine absichtlich herbeigeführte Ungleichverteilung in der Flüssigphase dazu genutzt, um Konzentrationsunterschiede über den Kolonnenquerschnitt zu erzeugen.

Natürliche Ungleichverteilung in der Flüssigphase

Die natürliche Ungleichverteilung in der Flüssigphase (englisch: *small scale maldistribution* oder *natural distribution*) ist eine packungsspezifische Eigenschaft. Sie führt dazu, dass

- eine anfängliche Gleichverteilung sich verschlechtert
- eine ungleiche Eingangsverteilung sich zusätzlich verschlechtert

oder sogar ein entgegengesetzter Effekt eintritt

- eine Ungleichmäßigkeit der Eingangsverteilung sich verringert

STIKKELMAN [40] kam bei der Arbeit an der oben erwähnten Testapparatur zu dem Ergebnis, dass sich die natürliche Ungleichverteilung schon nach wenigen (3) Packungslagen vollständig ausbildet und dann unveränderlich bleibt.

Wie **KOURI** und **SOHLO** [20] ist auch **STIKKELMAN** [40] nach seinen umfangreichen Versuchen der Ansicht, dass die Belastungsverhältnisse für die Ungleichverteilung der Flüssigphase von größerer Bedeutung sind als die Geometrie der eingesetzten Austauschkörper. Eine Beeinflussung durch die Dampfphase setzt erst dann ein, wenn die Dampfströmung ein bestimmtes Geschwindigkeitslimit überschreitet.

POTTHOFF [30] stellt fest, dass Packungen mit schlechten Selbstverteilungseigenschaften die Anfangsverteilung besser aufrecht erhalten und Packungen mit guten zur Ungleichverteilung tendieren, wenn sie gleichmäßig mit Flüssigkeit beaufschlagt werden.

RONGE [33] unterstreicht in seiner Arbeit die Bedeutung der natürlichen Ungleichverteilung für die Trennleistung. Insbesondere bei stark gekrümmten Rektifikationslinien verringert die natürliche Ungleichverteilung die Trennleistung erheblich. **RONGE** kommt aufgrund seiner Untersuchungen zum Stoffaustausch bei der Rektifikation in Packungskolonnen zu der Auffassung, dass in den veröffentlichten numerischen Simulationsmodellen gerade die Ungleichverteilung weitestgehend unberücksichtigt bleibt. Er empfiehlt daher trotz des zu erwartenden großen numerischen Aufwandes eine hinreichende Berücksichtigung der natürlichen Ungleichverteilung in zukünftigen Auslegungsmodellen. Da diese Anregung trotz seiner wertvollen Vorleistungen und denen von **HOEK**, **WESSELINGH** und **ZUIDERWEG** [11] sowie **STIKKELMAN** [40] noch nicht ausreichend umgesetzt wurde, ist die erreichbare Genauigkeit heute verfügbarer Kolonnenauslegungsmethoden wegen der ungenügenden Berücksichtigung der natürlichen Ungleichverteilung begrenzt.

In jüngster Zeit formulierten **MILLIES** und **MEWES** [22] für einphasige und homogen strömende zweiphasige Strömungen Bilanzgleichungen, die eine Berechnung des Geschwindigkeitsfeldes in einer Packung ermöglichen. In ihrem Modell werden ausgehend von den gemittelten Größen (Geschwindigkeit und Druck) über eine so genannte Elementarzelle großräumige Strömungsverhältnisse abgeleitet. Als Elementarzelle bezeichnen die Verfasser die volumetrisch kleinste wiederkehrende Struktur aus der sich ein Packungselement zusammensetzt.

Es gibt Hinweise darauf, dass ein verhältnismäßig großer Kolonnendurchmesser den Wirkungsgrad von Packungskolonnen verringert. Hierfür kann es folgende Gründe geben:¹

- Bei wachsendem Kolonnendurchmesser wird es immer schwieriger, die zentral zulaufende Flüssigkeit gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt zu verteilen.
- Mit zunehmendem Kolonnendurchmesser nimmt die radiale Durchmischung ab und damit die Gefahr von Konzentrationsungleichverteilung zu.

Fazit:

- Trotz intensiver Forschung sind die Strömungsverhältnisse innerhalb der Packung bisher schlecht vorhersagbar, insbesondere die natürliche Ungleichverteilung.
- Die Beschreibung der Ungleichverteilung berücksichtigte bislang nicht das Ausmaß der Konzentrationsungleichverteilung, sondern beschränkte sich auf die Quantifizierung des Dampf- und Flüssigkeitsdurchsatzes über dem Kolonnenquerschnitt.
- Dabei wird angenommen, dass die Stärke der Ungleichverteilung in erheblichem Maße durch die Qualität der Flüssigkeitsaufgabe bestimmt wird.
- Gleichwohl hat man festgestellt, dass radiales Vermischen von Dampf und Flüssigkeit bestehende Konzentrationsunterschiede über den Kolonnenquerschnitt reduziert und dadurch die nachteilige Wirkung der Ungleichverteilung auf das Trennergebnis vermindert wird [30].

2.1.2 Stoff- und Wärmeaustausch

Unter Stoffaustausch bzw. Stoffübertragung wird bei der Rektifikation der zweiseitige Transport der Komponenten eines Stoffgemisches zwischen der Dampf- und Flüssigphase über die Phasengrenzfläche hinweg verstanden, dessen Triebkraft das chemische Potential der Komponenten ist. Die tiefsiedende Komponente diffundiert aus der Flüssigkeit in den Dampf, die höhersiedende Komponente umgekehrt aus dem Dampf in die Flüssigkeit. Innerhalb eines Volumenelements der Kolonne steigt der Dampf mit einem Molanteil y an tiefsiedender Komponente auf und steht im Stoffaustausch mit der Rücklaufflüssigkeit, deren Molanteil an tiefsiedender Komponente x beträgt. Entsprechend der Zweifilmtheorie herrscht an der Phasen-

¹ Gemäß persönlicher Mitteilung von Herrn Dr. Werner Meier (Fa. Sulzer Chemtech) vom 15.12.1997

grenzfläche Gleichgewicht (vgl. **Abbildung 2–1**). Als molekulare Triebkraft des Stoffübergangs der tiefersiedenden Komponente wirkt in der Flüssigkeitsgrenzschicht die Molanteildifferenz

$$\Delta x = x - x^* \quad (2-1)$$

und in der Dampfgrenzschicht die Molanteildifferenz [44].

$$\Delta y = y^* - y \quad (2-2)$$

Der Stoff- und Wärmeaustausch verläuft vom Nichtgleichgewichtszustand in Richtung auf das Gleichgewicht.

Bislang haben sich nur wenige Forschungsarbeiten mit den Stoffaustauschvorgängen innerhalb der Packung befasst. Die meisten Untersuchungen betrachteten die Strömungsvorgänge von Dampf und Flüssigkeit nicht innerhalb der Packung, sondern hauptsächlich ober- und unterhalb dieser, wobei die Beaufschlagung häufig nur einphasig erfolgt.

Der Stoffaustausch innerhalb einer Packungskolonne ist von vielen Faktoren abhängig. Die Berechnung verlangt dadurch ein genaues Verständnis über das Strömungsverhalten der Phasen unter verschiedenen Prozessbedingungen. Bei der Auslegung von Rektifikationskolonnen ist das Diffusionsverhalten von Molekülen in Flüssigkeiten und Gasen sowie das Phasengleichgewichtsverhalten zu beachten. Dafür wiederum ist der Einfluss des Prozessdruckes, der Prozesstemperatur, der Konzentration, der Dichte, Viskosität und Oberflächenspannung der Phasen zu berücksichtigen. Außerdem sollte der Einfluss der Turbulenz der Phasen auf den molekularen Stofftransport einbezogen werden.

Stoffaustauschvorgänge kann man bei einfachen Geometrien mit stabilen Strömungsverhältnissen nach dem Konzept der Übertragungseinheiten mit integralen Größen wie *HTU* (*Height of one Transfer Unit*) und *NTU* (*Number of Transfer Units*) berechnen. Durch die Zweifilmtheorie mit dem k_L und k_V -Konzept ist das Konzept der Übertragungseinheiten auch auf Stoffaustauschvorgänge in den komplexen Strukturen von realen Packungen übertragbar.

Allerdings arbeitet man bei Packungen wegen der anschaulicheren Darstellung, der einfacheren Handhabung und aus Gewohnheit bevorzugt mit integralen Größen wie *HETP* (*Height Equivalent of one Theoretical Plate*) oder *NTS* (*Number of Theoretical Stages*) entsprechend dem Konzept der Gleichgewichtsstufen.

Für die Beschreibung der nach außen wirksamen Leistungsfähigkeit von Packungskolonnen hinsichtlich Stoff- und Wärmeaustausch stehen deshalb zwei vereinfachende Modellvorstellungen zur Wahl:

- das *Stoffübergangsmodell*, das den Stoff- und Wärmeaustausch als kinetischen Vorgang betrachtet
- das *Gleichgewichtsstufenmodell*, das auf Gleichgewichtsbetrachtungen beruht

Stoffübergangsmodell oder Gleichgewichtsstufenmodell ?

Die Berechnung konduktiver und konvektiver Stofftransportprozesse mit den Modellvorstellungen über Phasengrenzvorgänge führt für thermische Trennprozesse zu den praxisnahen, aus stetem Phasenkontakt gewonnenen *Übertragungseinheiten*.

Die *Übertragungseinheiten* kennzeichnen den für die Trennaufgabe benötigten Aufwand. Dieses Modellkonzept wird verwendet, wenn Dampf und Flüssigkeit kontinuierlich miteinander in Kontakt sind. Die Herleitung basiert auf der Vorstellung, dass die Füllkörperkolonne aus Einheitsräumen der Stoffübertragung – sogenannter Übertragungseinheiten – besteht. So ein Einheitsraum ist also ein differentieller scheibenförmiger Bilanzraumausschnitt aus einer Packung, die Teil einer Kolonne ist.

Die Zahl der Übertragungseinheiten NTU ergibt sich durch grafische Ermittlung oder numerische Integration der Fläche zwischen der Gleichgewichtskurve und Bilanzkurve [39].

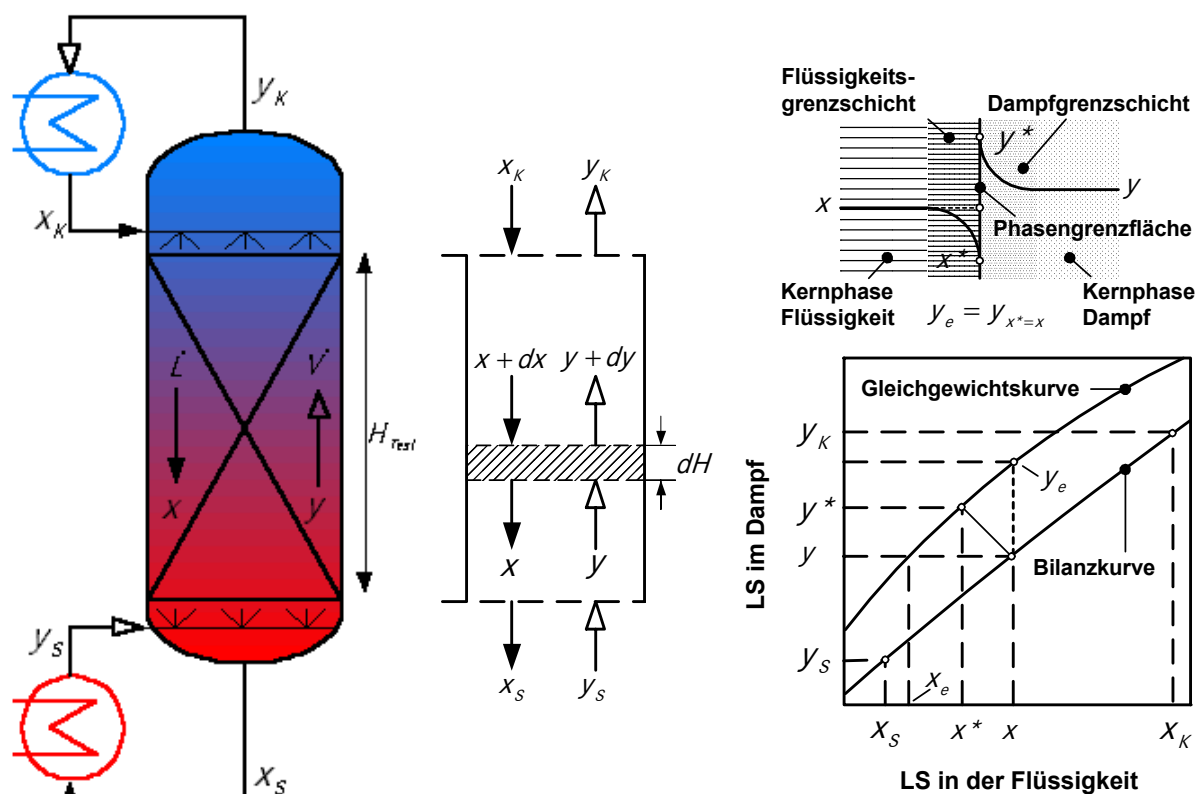


Abbildung 2–1: Schematische Darstellung zur Erläuterung der Zahl der Übertragungseinheiten mit der Zweifilmtheorie [3]

Wenn die molaren Ströme der Flüssigkeit \dot{L} und der Dampfphase \dot{V} konstant sind und keine Vermischung in axialer Richtung erfolgt, dann berechnet sich der Stoffaustausch und damit die Zahl der Übertragungseinheiten gemäß Gleichung (2-3) [3].

$$NTU_V = \int_{y_s}^{y_k} \frac{dy}{y^* - y} \quad (2-3)$$

Hierbei ist y der Leichtsiederanteil im Dampf. Durch die Variable y^* wird die Konzentration des Leichtsieders (LS) im Dampf angegeben, welcher an der Phasengrenzfläche im Gleichgewicht zur Flüssigkeit des binären Stoffgemisches mit der Konzentration x^* steht.

Legt man für die Berechnung der Rektifikationsversuche den Stoffaustauschwiderstand gedanklich vollständig in die Dampfphase, dann entspricht $NTU_V = NTU_{OV}$ [3].

$$NTU_{OV} = \int_{y_s}^{y_k} \frac{dy}{y_e - y} \quad (2-4)$$

Die Höhe einer Übertragungseinheit HTU ist definiert durch

$$HTU_{OV} = \frac{\dot{V}}{A_K \cdot a_e \cdot k_{OV} \cdot p} \quad (2-5)$$

Die Beziehung

$$HTU_{OV} = \frac{H}{NTU_{OV}} \quad (2-6)$$

gibt an, wie viel Meter Packungshöhe H man benötigt, um eine Trennwirkung von einer Übertragungseinheit ($NTU_{OV} = 1$) zu erreichen.

Die Theorie zu den verschiedenen Stoffübergangsmodellen wird hier nicht im Einzelnen erläutert, es sei diesbezüglich auf die Arbeit von **RONGE** [33] verwiesen. Die Modell-Ansätze in der vorliegenden Arbeit berücksichtigen folgende Punkte:

- die Zahl der Übertragungseinheiten NTU gibt an, wie oft die Konzentrations-, Temperatur- und Druckdifferenz in der Kolonne überwunden wird
- das chemische Potential ist die treibende Kraft für den Stoffaustausch
- das chemische Potential einer Komponente ist abhängig von der Temperatur, vom Druck und von den chemischen Potential des Gemischpartners
- die Kolbenströmung wird angenommen
- der Wärmeübergang zwischen Dampf- und Flüssigphase ist in den simulierten Teilkolonnen ideal

Zwar wird in den Berechnungen die Energie- und Stoffhaltung beachtet, aber die Lage des Stoffübergangswiderstandes wird üblicherweise vernachlässigt [46].

Für Packungskolonnen wäre die Übertragungseinheit näher bei den physikalischen Vorgängen, da das Gleichgewicht nur an der Phasengrenze, jedoch nicht in der Kernphase, erreicht wird. Auf der anderen Seite ist die Berechnung einer Kolonne mit dem Modell des Theoretischen Bodens einfacher: Es wird abwechselnd das Gleichgewicht ermittelt und dann separat die Massebilanz berechnet. Auch die grafische Bestimmung der theoretischen Trennstufen in einem y-x-Diagramm fällt leichter als die Integration unter Berücksichtigung der treibenden Kräfte [39]. Wegen dieser unkomplizierteren Bestimmung ist man in der Praxis auch bei Packungen beim Gleichgewichtsstufenmodell geblieben. Auch die Modellrechnungen und die Versuchsergebnisse werden so ausgewertet.

Als *theoretische Trennstufe* wird die Kolonneneinheit definiert, die in stufenweisem Phasenkontakt eine Anreicherung des Leichtsieders entsprechend dem thermodynamischen Gleichgewicht bewirkt. Voraussetzungen für das Erzielen einer theoretischen Trennstufe der Gegenstromdestillation sind:

- die Flüssigkeit ist ideal durchmischt und von gleichbleibender Zusammensetzung bis zum Ablauf
- idealer Wärme- und Stoffaustausch zwischen Dampf- und Flüssigphase, so dass beide im Phasengleichgewicht stehen
- der Dampfstrom ist trocken gesättigt, hat einheitliche Zusammensetzung und reißt keine Flüssigkeitstropfen mit [44]

Beim Gleichgewichtsstufenmodell wird die Energie- und Stoffhaltung berücksichtigt. Aber anders als beim Stoffübergangsmodell wird beim Gleichgewichtsstufenmodell davon ausgegangen, dass die von einer theoretischen Stufe abströmenden Dampf- und Flüssigkeitsmengen miteinander im thermodynamischen Gleichgewicht stehen.

Da auf einem realen Boden weder die Flüssigkeit vollkommen durchmischt ist, noch vollständiges Gleichgewicht zwischen Dampf und Flüssigkeit herrscht, wird nur ein Bruchteil des mit einer theoretischen Stufe erzielbaren Stoffaustausches erreicht. Deshalb wird die Güte des unstetigen Stoffaustausches in einer Bodenkolonne durch einen Bodenwirkungsgrad beschrieben, wie z.B. durch den Hausen-Wirkungsgrad oder den Murphree-Wirkungsgrad. Bei der hier praktizierten Übertragung des Gleichgewichtsstufenmodells auf die Rektifikation in einer Packungskolonne wird stets ein Wirkungsgrad von 100 % angenommen.

Die Wirksamkeit einer Packung, wie z.B. der bei den Testversuchen eingesetzten Mellapak-Plus 752.Y, wird i. Allg. wie folgt bestimmt:

In einer Versuchskolonne wird die Testpackung zu einer Packungssektion der Höhe H_{Test} aufgebaut und mit einem gebräuchlichen Testsystem wie z.B. trans-/cis-Dekalin oder Chlorbenzol-/Ethylbenzol beaufschlagt. Die Kolonne wird dabei mit vollständigem Rücklauf gefahren. Nach Erreichen eines stationären Betriebszustandes werden oberhalb und unterhalb der Packungssektion Proben gezogen, welche anschließend mit Hilfe eines Gaschromatographen analysiert werden. Da in der vorliegenden Arbeit die Rekti-

fikation eines idealen Zweistoffgemisches im Vordergrund steht, wird mit den gemessenen Dampfkonzentrationen y_K am Kolonnenkopf und y_S im Sumpf der Kolonnen die Zahl der theoretischen Trennstufen NTS berechnet (**Abbildung 2-1**). Hierbei wird also die Näherung gestattet, dass die Zahl der Übertragungseinheiten NTU_{VO} gleich der Zahl der theoretischen Trennstufen NTS ist.

$$(NTU_{OV})_{\alpha=\text{klein}} = NTS \quad (2-7)$$

Diese Annahme ist zulässig, wenn die relative Flüchtigkeit α des Stoffsystems klein ist bzw. die Arbeits- und Gleichgewichtskurve parallel zueinander verlaufen ([3], [39]) und das Rücklaufverhältnis unendlich ist.

Eine Gleichung zur Berechnung der Zahl der theoretischen Trennstufen NTS bietet die Fenske-Gleichung (2-8) [15]. Diese theoretische Trennstufenzahl des totalen Rücklaufs hat die Bedeutung einer Mindest-Trennstufenzahl. Die Bestimmung erfolgt dabei unter Berücksichtigung des Trennfaktors q und der relativen Flüchtigkeit α nach der Beziehung

$$NTS = \frac{\ln(q)}{\ln(\alpha)} \quad (2-8)$$

Hierbei ergibt sich der Trennfaktor q aus dem Verhältnis

$$q = \frac{\frac{x_K}{1-x_K}}{\frac{x_S}{1-x_S}} \quad (2-9)$$

und die relative Flüchtigkeit α gemäß dem Raoult'schen Gesetz für ideale binäre Mischungen aus dem Verhältnis der Dampfdrücke der reinen Komponenten $p_{S,i}$ bei derselben Temperatur T .

$$\alpha = \frac{p_{S,1}(T)}{p_{S,2}(T)} \quad (2-10)$$

Für die Auswertung der Experimente wird die relative Flüchtigkeit α mit einer angepassten Kurve mit dem Ansatz

$$\ln(\alpha) = A + B \ln(p) + C \ln(p)^2 \quad (2-11)$$

berechnet, wobei für die Konstante $A = 0,474413$, für $B = -0,04447$ und für $C = 5,7 \cdot 10^{-4}$ gilt [27]. Bei dieser zweiten Näherung wird die Temperaturabhängigkeit vernachlässigt und als Druck p das Mittel aus gemessenem Kopfdruck und berechnetem Sumpfdruck eingesetzt. Demgegenüber wird bei der numerischen Simulation nicht mit konstantem α gearbeitet, sondern das Gleichgewicht jeweils genauer berechnet. Die anschließende

Auswertung der Simulation erfolgt sinnvoller Weise mit einem α -Mittelwert über den in Frage kommenden Temperaturbereich.

Anhand der Ergebnisse beider Ansätze lässt sich letztlich feststellen, wie viele theoretische Stufen NTS notwendig sind, um die gleiche Trennleistung wie mit der Testpackung der Höhe H_{Test} zu erzielen. Über die Beziehung

$$NTSM = \frac{NTS}{H_{Test}} = \frac{1}{HETP} \quad (2-12)$$

kann die Trennleistung der Packung ($NTSM = \text{Number of Theoretical Stages per Meter}$) bestimmt werden. Häufig wird die Trennleistung, ausgedrückt in $NTSM$, als Funktion verschiedener Betriebsparameter dargestellt, denn es gilt

$$NTSM = f(F - \text{Faktor}, p, \lambda, \dots) \quad (2-13)$$

Hierbei stellt der F -Faktor ein Maß für die Gasbelastung dar und definiert sich über das Produkt aus der Gasgeschwindigkeit u^V , welche auf das leere Kolonnenrohr bezogen ist, und der Quadratwurzel der Gasdichte ρ^V

$$F - \text{Faktor} = u^V \sqrt{\rho^V} \quad (2-14)$$

Fazit:

Obwohl Stoffübergangsmodelle auf realen in der Kolonne stattfindenden Vorgängen basieren und viele wissenschaftliche Veröffentlichungen das Konzept der Übertragungseinheiten (HTU / NTU) verwenden, werden sie in der Praxis wenig genutzt. Das liegt daran, dass bei Unkenntnis der genauen Lage des Stoffübergangswiderstandes die Verwendung eines Stoffübergangsmodells anstelle eines Gleichgewichtsstufenmodells keinen entscheidenden Vorteil bietet [33]. Daher erfolgt in der Praxis die Simulation von Packungskolonnen überwiegend mit dem Konzept der Gleichgewichtsstufen ($HETP / NTS$). Außerdem bietet sich dadurch der Vorteil, die ursprünglich für Bodenkolonnen entwickelten Berechnungsmethoden auf Packungskolonnen übertragen zu können.

Bedingt durch die erkennbare Komplexität des Stofftrennverfahrens ist eine Modellierung mit vollständiger Ähnlichkeit, welche die exakte qualitative und quantitative Berücksichtigung aller realen Einflüsse bedeutet, durch numerische Simulation derzeit nicht realisierbar. Damit ist die Theorie der Packungskolonnen eine „Näherungswissenschaft“, in der mit sehr einfachen Modellen und vielen Vernachlässigungen gearbeitet wird. Das liegt daran, dass verschiedene Größen und Vorgänge, wie z.B. die natürliche Ungleichverteilung, noch nicht exakt erfasst und verstanden werden [39]. Daher erscheint ein Modell mit großer Modelltiefe als wenig Erfolg versprechend. Es wird deshalb bei der numerischen Simulation nur eine partielle Ähnlichkeit zum Original angestrebt, bei der diejenigen Einflüsse berücksichtigt werden, die

einen wesentlichen Einfluss auf die Charakteristik des Stofftrennprozesses haben. Dementsprechend wird in dieser Arbeit z.B. nur das Gleichgewichtsstufenmodell verwendet.

2.2 Flüssigkeitsverteiler

Die Güte einer Packung wird i. Allg. experimentell bestimmt. Dabei wird angenommen, dass der Verteiler so gut ist, dass er keinen Einfluss auf die gemessene Güte der Packung hat. In der Praxis erzielen die Packungen jedoch oftmals nicht die bei der Auslegung unter Zugrundelegung von Laborversuchen vorherbestimmte Trennleistung. Dies wird häufig – berechtigt oder unberechtigt – auf schlecht funktionierende Flüssigkeitsverteiler zurückgeführt. Daher werden in diesem Kapitel die Funktionsweise und der Einfluss von Verteilern untersucht.

Wie oben erwähnt, wird zwischen zwei Packungssektionen eine vollständige Flüssigkeitsammlung mit anschließender Neuverteilung realisiert. Zu diesem Zweck wird ein Zwischenverteiler eingesetzt, der sich aus einem Flüssigkeitssammler und einem Flüssigkeitsverteiler zusammensetzt (siehe **Abbildung 2–2**). Im Sammler aufgefangene Flüssigkeit strömt fast immer durch einen zentralen Flüssigkeitseinlauf in den Flüssigkeitsverteiler.

In der Praxis wird angenommen, dass die turbulenten Strömungsvorgänge im Flüssigkeitssammler und im zentralen Flüssigkeitseinlauf bereits ausreichen, um einen vollständigen Konzentrationsausgleich zu erzielen. Bei Kolonnen mit großem Durchmesser ($> 3\text{ m}$) wird die gesammelte Flüssigkeit zusätzlich durch einen Mischtopf mit eingebauten statischen Mischer geleitet.¹

Der erwünschte Konzentrationsausgleich bedingt eine Neuverteilung ausgehend von einer zentralen Stelle und damit horizontale Ströme. Diese Querströme müssen über den Kolonnenquerschnitt fein verteilt werden.

Die prinzipielle Funktionsbeschreibung der bekannten Sammler- und Verteiler-Vorrichtungen zeigt auch gleichermaßen deren Nachteile auf.

Die aus einer Packungssektion fließende Flüssigkeit wird von einem Flüssigkeitssammler aufgefangen und zusammengeführt. Über eine Rohr- oder Schachtkonstruktion wird die Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler in den Hauptkanal und/oder Nebenkanäle des Verteilers geführt (vgl. **Abbildung 2–2** und **Abbildung 2–4**). Die Einspeisung erfolgt i. Allg. über einen zentralen Flüssigkeitseinlauf oder mehrere Flüssigkeitseinläufe. Um die Abmessungen klein zu halten sind bei derartigen Verteilereinläufen die Fließgeschwindigkeit und die Turbulenzen der Flüssigkeit groß ($> 0,8\text{ m/s}$). Man versucht dann häufig die Fließgeschwindigkeit und die Turbulenzen durch zusätzliche Einbauten zu reduzieren. Beispielsweise wird im Hauptkanal ein Vorverteilkanal und/oder ein Einlaufberuhiger integriert.

¹ Gemäß persönlicher Mitteilung von Herrn Felix Moser (Fa. Sulzer Chemtech) vom 15.03.1999

Die Herausforderung besteht dann darin, ausgehend vom zentralen Einlauf, den voluminösen Fluidstrom gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt zu verteilen. Dadurch entstehen große Querströme. Je mehr Platz für diese Ströme zur Verfügung steht, desto niedriger sind die Fließgeschwindigkeit und die Turbulenzen der Flüssigkeit und desto gleichmäßiger ist die hydraulische Verteilung. Außer dem Nachteil, dass durch den enormen Platzbedarf die Bauhöhe zunimmt, steigt auch der Druckabfall in der Dampfströmung.

Die Verteilung der Flüssigkeit erfolgt je nach Belastungsbereich (Standardbelastungsbereich 1:3) einstufig oder mehrstufig in geschlossener oder offener Ausführung, jedoch immer in der Form, dass die Flüssigkeit der Schwerkraft folgend fließt. In der Regel sind alle Verteilerstufen unter sich hydraulisch kommunizierend ausgeführt. Die Rücklaufflüssigkeit durchströmt in solchen Vorrichtungen unvermeidlich viele Querschnittsänderungen und wird wiederholt beschleunigt, abgebremst und aufgestaut. Die roten Richtungspfeile in **Abbildung 2–2** sollen die erhebliche horizontale Bewegung der Flüssigkeit andeuten. Dabei tritt das Problem auf, dass die Strömungsvorgänge in den Verteilkanälen einen gleichmäßigen Ausfluss der Flüssigkeit in die nächste darunter liegende Verteilerstufe verhindern. Je nachdem, wie weit eine Flüssigkeitsaustrittsöffnung vom Flüssigkeitseintritt in den Verteilkanal entfernt ist, wird sie von der Flüssigkeit mit unterschiedlicher Austrittsgeschwindigkeit durchströmt. Somit gelingt eine hydraulische Verteilung mit weniger als 4 % Maldistribution nur, wenn bei einer Stauhöhe der letzten Verteilerstufe von beispielsweise 30 mm, die horizontale Geschwindigkeit der Flüssigkeit nahe der Ausflussöffnung kleiner ist als 0,22 m/s.¹

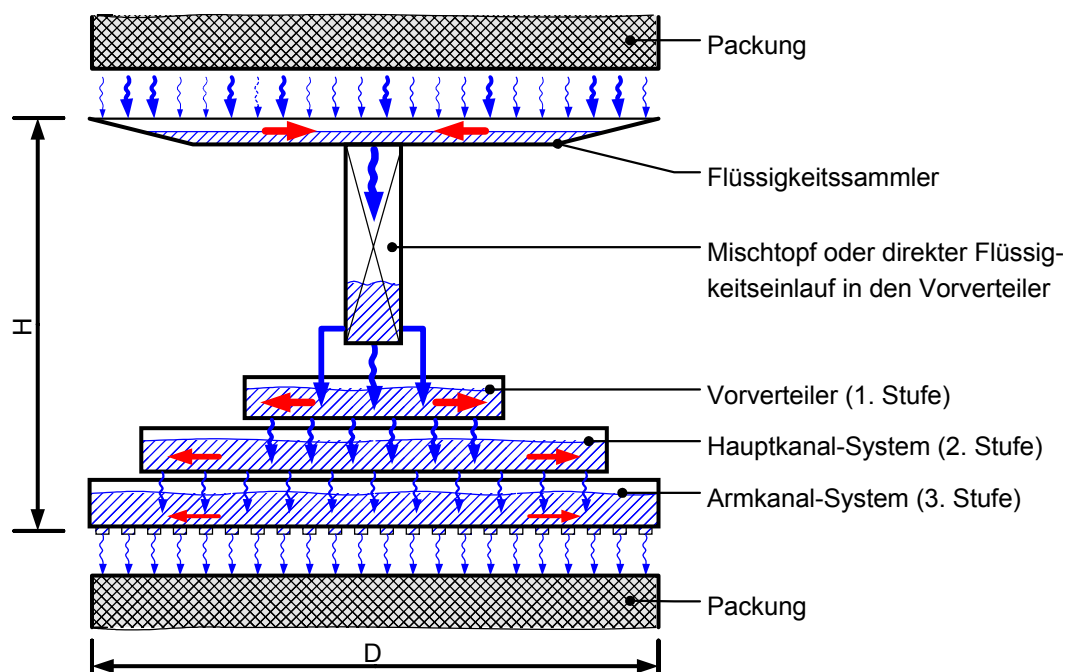


Abbildung 2–2: Prinzip der konventionellen Neuverteilung

¹ Gemäß persönlicher Mitteilung von Herrn Felix Moser (Fa. Sulzer Chemtech) vom Januar 2000

Bei der Grobverteilung der Flüssigkeit durch Vorverteiler oder bei der Flüssigkeitsaufgabe über die Packung strömt Flüssigkeit durch bzw. über Ausflusssysteme, wie sie in der Klassifizierung aufgeführt sind und **Abbildung 2–5** exemplarisch darstellt.

Obwohl die Fabrikation von Verteilern schon eine lange Tradition hat, ist deren Bewertung und Vergleich bis heute schwierig. Die Wirksamkeit des Verteilers bestimmt erheblich das Strömungsprofil der Flüssigkeit beim Eintritt in die Packungssektion ([16], [19]).

Der ideale Flüssigkeitsverteiler ist durch folgende Eigenschaften gekennzeichnet:

- sehr große Anzahl an Tropfstellen
- gleichmäßige geometrische Anordnung der Tropfstellen über dem Kolonnenquerschnitt
- einheitlicher Abfluss an den Tropfstellen über einen großen Lastbereich
- kein Druckverlust für die Dampfströmung
- vollständiger Ausgleich von eventuell vorhandenen Konzentrationsdifferenzen in der Rücklaufflüssigkeit
- vernachlässigbare Bauhöhe
- minimaler Holdup
- einfach herzustellen und zu installieren

Die Theorie zu diesen Punkten soll in den folgenden Kapiteln beschrieben werden.

2.2.1 Güte eines Flüssigkeitsverteilers

Nachdem in Kapitel 2.1 dargestellt wurde, wie Benetzung, Ungleichverteilung, Stoff- und Wärmeaustausch die Trennleistung einer Packung beeinflussen, stellt sich die Frage, welchen Einfluss die Güte eines Flüssigkeitsverteilers auf die Trennleistung der Kolonne hat. Hinsichtlich dieser Thematik sind die Arbeiten von **MOORE** und **RUKOVENA** [24], **STIKKELMAN** [40], **STOTER** [41] sowie die neueren Untersuchungen von **KILLAT** und **REY** [13], **BILLINGHAM**, **BONAQUIST** und **LOCKETT** [4] wertvoll.

Die in dieser Arbeit betrachteten Verteiler, die durch die Schwerkraft „angetrieben“ werden, sind beispielsweise aus einem Aufsatz von **BOMIO ET AL.** [5] bekannt und werden dort als Rohrverteiler, Elementverteiler oder Kanalverteiler bezeichnet. Zwar unterscheiden sich die zahlreichen Verteilerbauformen durch wesentliche konstruktive Merkmale, nutzen aber gewöhnlich gleichartige Ausflusssysteme, was eine grobe Übersicht in **Abbildung 2–3** verdeutlichen soll.

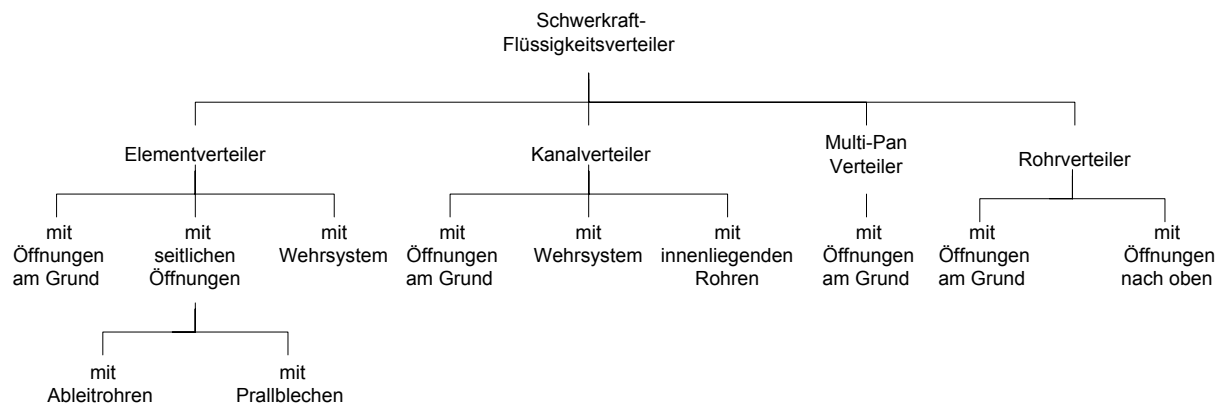


Abbildung 2-3: Grobe Klassifizierung der Verteiler nach Merkmalen der Konstruktion

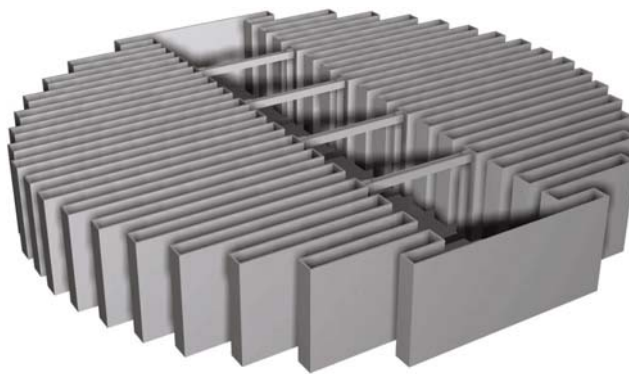


Abbildung 2-4: Schematische Darstellung eines einstufigen Kanalverteilers mit Grundloch-Ausflusssystem [Quelle: Sulzer Chemtech]

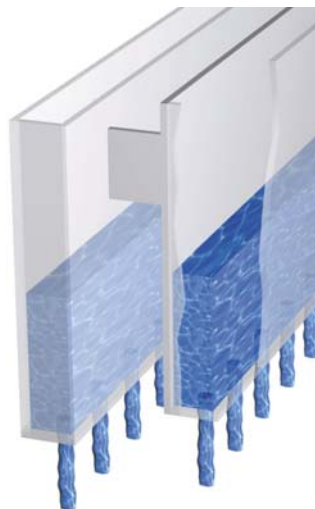


Abbildung 2-5: Detaildarstellung eines Grundloch-Ausflusssystems

Die erreichbare Gleichmäßigkeit der Flüssigkeitsverteilung ist nicht nur von der Verteilerausführung, sondern auch von den stationären Betriebsbedingungen abhängig, wie z.B.

- Lastbereich
- zulässiger dampfseitiger Druckverlust
- Trennaufgabe
- Packungstyp

Im Allgemeinen geht man bei der Bewertung eines Verteilers von drei messbaren Größen aus:

- *Verteildichte* (Anzahl der Tropfstellen)
- *Verteilgeometrie* (Gleichmäßigkeit der geometrischen Anordnung der Tropfstellen über den Kolonnenquerschnitt)
- *Gleichmäßigkeit des Ausflusses* aus den einzelnen Tropfstellen

Verteildichte

Die Verteildichte eines Verteilers gibt die flächenbezogene Zahl der Tropfstellen an. In der Praxis variiert sie sehr stark, je nach Verteilertyp ergeben sich zwischen 10 und 400 Tropfstellen je Quadratmeter. Im Extremfall, wie z.B. beim Kapillarverteiler, können es aber auch 18 000 Tropfstellen je Quadratmeter sein.

Soll sich bei gegebenem Lastbereich die Verteildichte erhöhen, muss die Lochgröße der Tropfstellen verkleinert werden. So eine Verkleinerung hat jedoch ihre Grenzen und führt im Betrieb nicht selten zum frühzeitigen Verschluss der Tropfstellen durch sich absetzenden Schmutz ([13], [29]).

Verteilgeometrie

Die Verteilgeometrie ist ein Bewertungsparameter für die Gleichmäßigkeit der geometrischen Anordnung der Tropfstellen über den Kolonnenquerschnitt. Der Literatur zur Folge ist die Verteilgeometrie gegenüber der Verteildichte von größerer Relevanz [29]. Bei der Gestaltung der Verteilgeometrie besteht in der Regel das Problem, dass im äußeren Verteilerbereich nahe der Kolonnenwand Tropfstellen schwer zu positionieren sind. Ist die Verteilgeometrie im Randbereich nicht optimal, wird dort entweder zu wenig Flüssigkeit aufgegeben oder andererseits zu viel. Letzteres kann eine nachteilige Randgängigkeit an der Kolonnenwand verursachen oder sogar verstärken. Dieser negative Effekt verstärkt sich mit abnehmender Flüssigkeitsbelastung. Das Prekäre an dieser Situation ist die Tatsache, dass eine sehr schmale Randzone dennoch prozentual einen beträchtlichen Flächenanteil vom Kolonnenquerschnitt darstellt und damit großen Einfluss auf die Trennleistung der Kolonne hat.

Gleichmäßigkeit des Ausflusses aus den einzelnen Tropfstellen

Am schwierigsten scheint es zu sein, einen gleichmäßigen Ausfluss aus allen Tropfstellen zu realisieren. Das Zusammenspiel von diversen Faktoren, wie der serienmäßigen Reproduzierbarkeit, z.B. der Form und Größe der Tropfstellen, der Montagetoleranzen, der Strömungseffekte, etc. machen den gleichmäßigen Ausfluss zu einer großen technischen Herausforderung. Wie später noch ausführlicher erläutert wird, variiert z.B. der Abflussbeiwert eines Loches nicht nur mit der Geschwindigkeit, mit der die Flüssigkeit das Loch durchströmt, sondern auch mit der horizontalen Geschwindigkeit im Verteiler selbst. Dieser Umstand allein kann bereits die angestrebte Gleichmäßigkeit im Ausfluss verhindern, wenn nicht durch geeignete Maßnahmen an allen Tropfstellen eine einheitliche Flüssigkeitsspiegelhöhe und Geschwindigkeitsverteilung realisiert wird.

Untersuchungen von KUNESH ET AL. [19] haben gezeigt, dass in punkto Niveaugleichheit kleine Niveauabweichungen an und für sich nur eine mäßige Verschlechterung der Gleichmäßigkeit des Ausflusses bewirken. Untersuchungen der gleichen Gruppe haben ergeben, dass die negativen Auswirkungen erheblich zunehmen, wenn sich

- größere Niveauunterschiede einstellen
- der Abfluss über Wehre erfolgt oder
- die Flüssigkeitsbelastung klein ist

Für das Bestimmen von Verteildichte und -geometrie genügen die Konstruktionsunterlagen. Es ist allgemein üblich, um jede Tropfstelle einen Kreis bestimmter Größe zu zeichnen. Der Kreisdurchmesser wird so gewählt, dass die entstehende Kreisfläche den Teil des Kolonnenquerschnitts repräsentiert, der durch diese Tropfstelle unmittelbar mit Flüssigkeit beaufschlagt wird. Je nachdem wie gleichmäßig die Anordnung der Tropfstellen ist, zeigen sich unsymmetrisch angeordnete Überlappungen von Kreisflächen bzw. freie (nicht abgedeckte) Bereiche des Kolonnenquerschnitts. Eine Überlappung deutet an, dass diese Kolonnenfläche überdurchschnittlich mit Flüssigkeit beaufschlagt wird, wohingegen ein freier Bereich der Gefahr der Austrocknung unterliegt. Reichen Kreisflächen über die Kolonnenwand hinaus, wird angenommen, dass der äußere Anteil an der Wand reflektiert wird, d.h. die Flüssigkeit in der Kolonne verbleibt.

Die Gleichmäßigkeit des Ausflusses kann erst nach Herstellung und Montage des Verteilers auf einem geeigneten Verteilerprüfstand durch Messung bestimmt werden. In der Praxis und in der Forschung haben sich zwei Messmethoden bewährt; die Flächenmessung (für Verteilerdurchmesser von > 1 m) und gelegentlich die aufwendigere Messung einzelner Tropfstellen (für kleinere Verteiler). Beide Methoden messen unterhalb des Verteilers den tatsächlichen Ausfluss an verschiedenen Stellen in einer bestimmten Zeitspanne bei relevanten Flüssigkeitsbelastungen. Die Messungen erfolgen in der Regel unter besonders kritischen Zonen des Verteilers. Oft wird die Fläche, die ein Verteiler abdeckt, gitterförmig in Messzellen unterteilt. Bei der Flächenmessung fängt ein Trichter gleichzeitig den Ausfluss von mehreren Tropfstellen auf und leitet ihn zu einem Messgefäß, während bei der anderen Methode jeder ausgewählten Tropfstelle ein separates Messgefäß zugeordnet ist. Das in den Messgefäßen gesammelte Flüssigkeitsvolumen wird gravimetrisch mit Hilfe einer Präzisionswaage, durch

optische Füllstandsmessung oder durch Auslitern bestimmt. Der Vergleich der gemessenen lokalen Flüssigkeitsmengen gibt Auskunft über die erzielte Gleichmäßigkeit des Ausflusses. Eine sinnvolle Ergänzung dieser Qualitätsprüfung sind Flüssigkeitsniveaumessungen in den Verteilerkanälen und Durchsatzkontrollen bei Minimal- und Maximallast.

Ein realer Verteiler hat, unabhängig von seiner Bauform, eine endliche Anzahl diskreter Tropfstellen, die meist in einer rechteckigen Anordnung über dem Kolonnenquerschnitt verteilt sind. Theoretisch kann mit einer sehr großen Anzahl von Tropfstellen annähernd eine Idealverteilung erreicht werden. In der Praxis lässt sich das allerdings technisch nicht umsetzen.

Grundsätzlich stellt sich die Frage nach einem Maß zur Beurteilung der anfänglichen Verteilqualität, welches auch für unterschiedliche Bauformen und -größen anwendbar ist.

Am verbreitetsten sind der Maldistributionsfaktor M_f und ein davon abgeleiteter Koeffizient C_v (coefficient of variation). Der von **HOEK ET AL.** [11]. zur Quantifizierung der fluiddynamischen Ungleichverteilung vorgeschlagene Maldistributionsfaktor definiert sich zu

$$M_f = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{u_i^L - \bar{u}^L}{\bar{u}^L} \right)^2} \quad (2-15)$$

Er entspricht der statistischen Standardabweichung der lokalen Flüssigkeitsaufgabe von n Messzellen bezogen auf die über den gesamten Kolonnenquerschnitt gemittelte Flüssigkeitsaufgabe.

Eine abgeleitete Beziehung lautet

$$C_v = \sqrt{\frac{1}{A_K} \sum_{i=1}^n A_i \cdot \left(\frac{u_i^L - \bar{u}^L}{\bar{u}^L} \right)^2} \quad , \quad (2-16)$$

wobei n die Anzahl der Messzellen, A_K den gesamten Kolonnenquerschnitt, A_i die Fläche der einzelnen Messzelle, \bar{u}_i^L die lokale Strömungsgeschwindigkeit und \bar{u}^L die über den gesamten Kolonnenquerschnitt gemittelte Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit bezeichnet. Für letztere gilt die Gleichung

$$\bar{u}^L = \frac{1}{A_K} \int u_i^L \cdot dA_i \quad , \quad (2-17)$$

wobei der Index i für die individuellen Messzellen steht.

Bei genauer Betrachtung der möglichen Erscheinungsform der Ungleichverteilung wird allerdings erkennbar, dass die Kennzahlen M_f oder C_v für eine eindeutige Beurteilung der Verteilerqualität nicht ausreichen. Alle in **Abbildung 2-6** dargestellten Verteilungsverhältnisse haben der Definition nach den gleichen M_f - oder C_v -Wert.

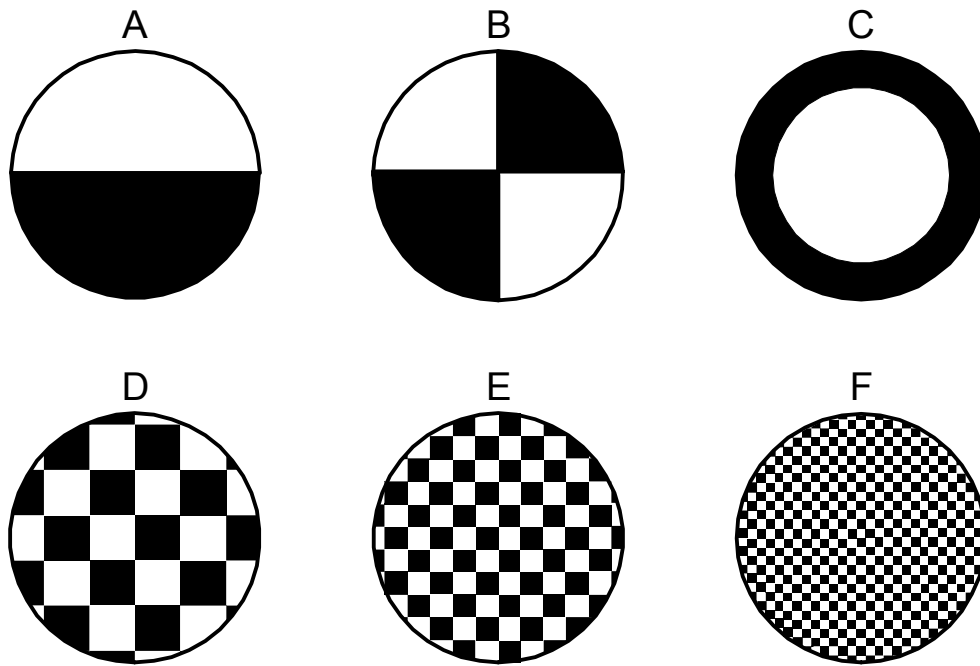


Abbildung 2-6: Darstellung verschiedener Profile der Flüssigkeitsbelastung nach STIKELMAN [40]

Länger bekannt ist auch das Bewertungsverfahren von **MOORE** und **RUKOVENA** [24]. Das von ihnen entwickelte Maß nannten sie D_Q (distribution quality). Es eignet sich zum Bestimmen und Überprüfen der Verteilergeometrie (Kriterium b), der geometrischen Anordnung der Tropfstellen über dem Kolonnenquerschnitt, sowie zum Einschätzen der tatsächlich gemessenen Verteilerqualität. Sie entwickelten dazu eine Zahlenwertgleichung zum Berechnen der Verteilerqualität D_Q

$$D_Q = 0,40 \cdot (100 - A) + 0,60 \cdot B - 0,33 \cdot (C - 7,5) \quad (2-18)$$

In dieser Gleichung ist A der Teil der Fläche vom Kolonnenquerschnitt A_K , der nicht von den Kreisflächen der Tropfstellen abgedeckt wird (**Abbildung 2-7**).

Der Wert B kennzeichnet $1/12$ der Fläche des Verteilers, genau den Bereich, der voraussichtlich zu viel oder zu wenig Flüssigkeit liefert. Er berechnet sich aus

$$B = \frac{\text{min. abgedeckte Fläche in } 1/12 \text{ von } A_K}{A_K / 12} \cdot 100 \quad (2-19)$$

oder

$$B = \frac{A_K / 12}{\text{max. abgedeckte Fläche in } 1/12 \text{ von } A_K} \cdot 100 \quad (2-20)$$

Der kleinere B -Wert ist zu nutzen.

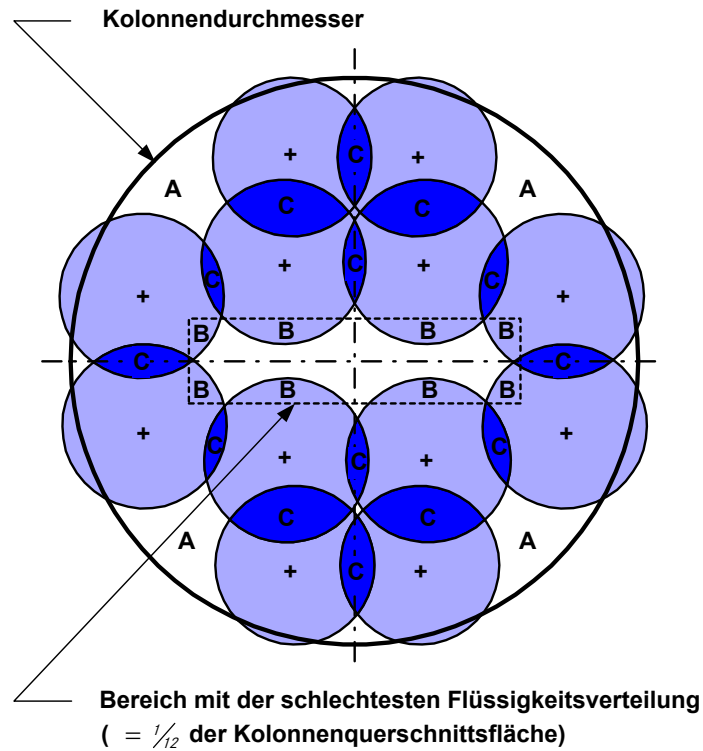


Abbildung 2-7: Hypothetische Flüssigkeitsverteilung nach MOORE, RUKOVENA [24]

Der Wert C berücksichtigt das Ausmaß der Überlappung durch Kreisflächen und wird berechnet aus

$$C = \frac{\sum \text{überlappten Kreisflächen}}{A_K} \cdot 100 \quad (2-21)$$

Die Schwachstelle dieser Bewertungsmethode liegt in der Bestimmung des B -Wertes, denn das Aufspüren des kritischen Bereichs eines Verteilers ist schwer und der Einfluss des B -Wertes ist signifikant.

BILLINGHAM ET AL. [4] definieren deshalb eine zusätzliche Kennzahl Cm (coefficient of maldistribution). Diese Kennzahl unterscheidet sich von Cv insofern, dass zu ihrer Berechnung statt der über den gesamten Kolonnenquerschnitt gemittelten Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit \bar{u}^L nunmehr eine lokale Durchschnittsgeschwindigkeit \bar{u}_i^L verwendet wird. Die Berechnung erfolgt mit

$$Cm = \sqrt{\frac{1}{A_K} \sum_{i=1}^n A_i \cdot \left(\frac{u_i^L - \bar{u}_i^L}{\bar{u}_i^L} \right)^2} \quad (2-22)$$

und
$$\bar{u}_i^L = \frac{\sum \delta_{ij} (A_i u_i^L + A_j u_j^L)}{\sum \delta_{ij} (A_i + A_j)} \quad (2-23)$$

unter der Annahme, dass

$\delta_{ij} = 1$, wenn die Messzellen i und j nebeneinander liegen, und

$\delta_{ij} = 0$, wenn i gleich j ist oder die Messzellen keine gemeinsame Begrenzung haben.

Würde man die in **Abbildung 2-6** gezeigten Beispielfälle A und F auswählen und dementsprechend C_v und C_m berechnen, dann wäre im Fall F C_m etwa in der Größenordnung von C_v aber im Fall A viel kleiner als C_v .

Zur besseren Interpretation wurde von **BILLINGHAM ET AL.** [4] vorgeschlagen, mit dem Verhältnis von C_v zu C_m die neue Kennzahl MI (Maldistribution Index) zu bilden:

$$MI = \frac{C_v}{C_m} \quad (2-24)$$

Der Maldistribution Index MI ist unabhängig vom Ausmaß der Abweichungen und ist allein ein Maß für die räumliche Verteilung dieser Abweichungen. Ein Maldistribution Index MI nahe 1,0 repräsentiert eine sehr gleichmäßige räumliche Verteilung der Abweichungen.

Fazit:

Aus den dargelegten Kenntnissen lässt sich schlussfolgern, dass die hydraulische Flüssigkeitsverteilung der Verteiler bereits intensiv untersucht wurde. Dabei sind verschiedene Kennzahlen für die Bewertung und den Vergleich von Verteilern entwickelt worden. Die heute üblichen Kennzahlen beruhen auf der Annahme eines vollständigen Konzentrationsausgleiches vor der Neuverteilung. Auslegungen nach den beschriebenen Kennzahlen könnten jedoch in der Praxis zu unerwünschten Abweichungen führen, da eine in der Rücklaufflüssigkeit eventuell verbleibende stoffliche Ungleichverteilung nicht berücksichtigt wird.

Bemerkenswert ist auch, dass der technische Aufwand der Neuverteilung, insbesondere die erforderliche Bauhöhe und der verursachte Druckverlust in der Dampfströmung, von keiner Kennzahl erfasst wird.

Prinzipiell ist die hydraulische und stoffliche Gleichverteilung schwierig und mit großem Aufwand verbunden. Die unerwünschte Ungleichmäßigkeit bei der Flüssigkeitsaufgabe kann verschiedene Ursachen haben. Neben Korrosion und Verschmutzung der Verteilervorrichtung können es beispielsweise auch Fehler bei der Konstruktion, Fertigung und Montage sein, die sich auf die hydraulischen Strömungsvorgänge im Verteiler negativ auswirken.

2.2.2 Strömungsvorgänge in Verteilern

Mit den Strömungsvorgängen in Verteilern sind verschiedene Effekte verknüpft, die eine hydraulische Ungleichverteilung bzw. hohe Verteilerbauhöhe bewirken. Vergegenwärtigt man sich die verschiedenartigen Einflüsse und Strömungsvorgänge der Hydraulik in Verteilern, wie z.B.

- Durchfluss, Überfall und seitlicher Zufluss
- Einfluss der Oberflächenspannung
- Einfluss der Querschnittsform auf den Abflussbeiwert
- Einlaufverlust
- Flächen- und Formrauheit
- Kanalkrümmung
- Vereinigung und Verzweigung

wird zum einen das Problem der gleichzeitigen hydraulischen und stofflichen Vergleichmäßigung deutlich und zum anderen, dass sich zahlreiche Vorgänge in den Verteilern durch variable Einflussfaktoren nicht exakt berechnen lassen. Das hat zur Folge, dass Neukonstruktionen maßgeblich auf Abschätzungen, statistische Erfahrungswerte und Tests mit Wasser basieren.

So führen beispielsweise Veränderungen des Querschnitts von offenen und geschlossenen Kanälen zu Strömungsablösungen, wenn Übergänge oder umströmte Körper, wie sie für Verteiler typisch sind, abrupt auftreten. Ausgehend von der Bernoulli-Gleichung (2-25)

$$\rho \cdot g \cdot H_1 + \rho \cdot \frac{\bar{u}^2}{2} = \rho \cdot g \cdot H_2 \quad , \quad (2-25)$$

muss bezogen auf die Geschwindigkeitshöhe vor der Unstetigkeit an solchen Übergangsstellen deshalb mit einem örtlichen Energieverlust ΔH gerechnet werden.

$$\Delta H = \zeta \cdot \frac{\bar{u}^2}{2 \cdot g} \quad (2-26)$$

Entsprechend dieser Definitionsgleichung kann die Reibungsverlusthöhe ΔH berechnet werden, sofern der Verlustbeiwert für kontinuierliche Reibungsverluste ζ bekannt ist, d.h. für prismatische Kanäle, sofern man

$$\zeta = f(\text{Querschnittsform, Rauheitsstruktur}) \quad (2-27)$$

kennt.

In den Verteilersystemen findet man jeweils zahlreiche Boden- und Wandöffnungen, durch die Flüssigkeit abfließt. Es wird angestrebt, dass die Flüssigkeit über die gesamte Kanal- bzw. Rohrlänge durch regelmäßig angeordnete Ausflussöffnungen entsprechend dem gewünschten Verhältnis von Flüssigkeitsmenge zu Dampfmenge (\dot{L} / \dot{V}) symmetrisch abläuft. Wichtige Ein-

flussfaktoren in diesem Zusammenhang sind Größe, Anzahl und Abstand der Ausflussöffnungen sowie das Geschwindigkeitsprofil der Strömung. Ohne Massewirkung gilt für die Abflussmenge

$$\dot{L}^{vol} = F \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot H} \quad (2-28)$$

Die in der Nähe des Bodens der Öffnung zufließenden Fluidteilchen bewegen sich annähernd in einem rechten Winkel zur Mittellinie der Öffnung. Um in die Strahlrichtung abgelenkt zu werden, erfordert die Trägheit dieser Fluidteilchen eine Strahleinschnürung und zwar auf eine Fläche μF . Hierbei sind μ der Einschnürungsbeiwert und F die Fläche der Bodenöffnung. Die Geschwindigkeit im eingeschnürten Strahl beträgt

$$\bar{u} = \zeta \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot H} \quad (2-29)$$

Im eingeschnürten Strahlquerschnitt wird die gesamte Energie in Geschwindigkeitsenergie umgesetzt. Versuche in der Praxis ergaben einen Einschnürungsbeiwert μ von 0,597 [17]. Der Verlustbeiwert ζ berücksichtigt die Energieverluste, die durch Reibung und Umlenkung der „Flüssigkeitsfäden“ verursacht werden. Der Abfluss durch die Bodenöffnung beträgt nach Erweiterung von Gleichung (2-28)

$$\dot{L}^{vol} = \zeta \cdot \mu \cdot F \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot H} \quad (2-30)$$

Mit $c_v = \zeta \cdot \mu$ (2-31)

gleich dem Abflussbeiwert wird der Abfluss dargestellt durch

$$\dot{L}^{vol} = c_v \cdot F \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot H} \quad (2-32)$$

Berücksichtigt man den Druckgradient Δp_G auf der Gasseite zwischen der Ausflussöffnung und dem Flüssigkeitsspiegel, dann verändert sich der Ausdruck zu

$$\dot{L}^{vol} = c_v \cdot F \cdot \sqrt{2 \cdot \left(g \cdot H - \frac{\Delta p_G}{\rho_F} \right)} \quad (2-33)$$

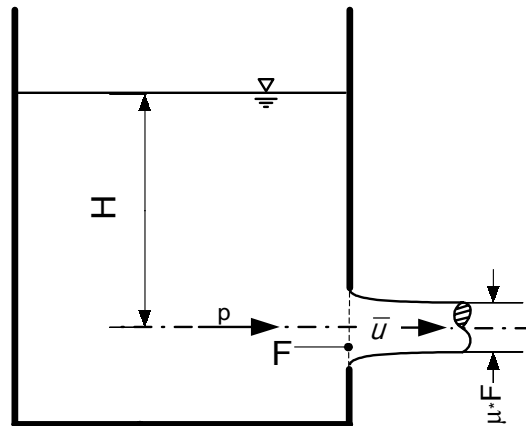


Abbildung 2–8: Entleerung eines Behälters durch eine scharfkantige Öffnung

MOORE und **RUKOVENA** [24] geben auch folgende Zahlenwertgleichung für die Berechnung des Volumenstroms durch eine kreisförmige Bodenöffnung an

$$\dot{L}_o^{vol} = K_o \cdot c_{Vo} \cdot D_o^2 \cdot H^{0,5} \quad , \quad (2-34)$$

wobei für die Konstante $K_o = 0,3959 \cdot 10^{-3}$ gilt, der einzusetzende Ausflussbeiwert c_{Vo} zwischen 0,50 und 0,83 variieren kann, der Durchmesser der Öffnung D_o und die effektive Flüssigkeitshöhe H in mm anzugeben sind. Der Volumenstrom \dot{L}_o^{vol} wird in m^3/h berechnet.

Fazit:

Es würde zu weit führen, alle in einem Flüssigkeitsverteiler auftretende Strömungsvorgänge in dieser Arbeit zu erläutern. Erkennbar ist dennoch, dass eine exakte Vorausberechnung der Verteilerströmung und des Verteilerausflusses sehr schwer fällt. Das liegt an den sich verändernden Einflussfaktoren, wie z.B. Stoffeigenschaften, Geschwindigkeitsverteilung und Ausflussbeiwert. Daher wird gegenwärtig immer noch viel „Sicherheit“ in Form von Stauhöhe eingebaut.

Ganz allgemein kann man feststellen, dass die Bauhöhe eines Zwischenverteilers durch hydraulische Gesetzmäßigkeiten bedingt ist. Der Wunsch nach Konzentrationsausgleich erfordert einen wirksamen Mischvorgang und bedingt einen großen Flüssigkeitsstrom vom Sammler in den Verteiler sowie große Abmaße. Insbesondere das Beschleunigen und Aufstauen von sehr großen Flüssigkeitsmengen führt bei der horizontalen Verteilung zu unterschiedlichen Strömungsverhältnissen. Der Hauptströmung überlagerte Sekundärströmungen erhöhen zwar durch Turbulenz die Intensität des Mischvorgangs, erzeugen aber ein ungleiches Geschwindigkeitsprofil. Solche Abweichungen von der Gleichförmigkeit aber auch Fertigungs- und Montageteranzen erzeugen in der Verteilerstufe eine unterschiedliche Flüssigkeitsspiegellhöhe. Dadurch fließt die Flüssigkeit ungleichmäßig ab. Konstruktive Maßnahmen zur Vermeidung starker Turbulenzen, hoher Geschwindigkeiten und Geschwindigkeitsgradienten, wie

z.B. große Stauhöhen und viele Verteilerstufen, haben wiederum eine enorme Bauhöhe zur Folge.

Der hydraulischen Betrachtungsweise entsprechend müsste man also strenggenommen die Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit dahingehend verändern, dass keine großen Querströme innerhalb des Verteilers entstehen können. Das bedeutet, die gesamte Flüssigkeit sollte nicht erst zusammengeführt werden, um sie anschließend von einem Punkt aus wieder zu verteilen.

2.3 Schlussfolgerung

In der Praxis sind besonders die großräumigen Ungleichverteilungen in der flüssigen Phase ein häufiges Problem in Stoffaustauschkolonnen [11]. Diese Maldistribution verschlechtert den Stoffaustausch. Es ist davon auszugehen, dass eine hydraulische Ungleichverteilung immer auch zu einer Ungleichverteilung der Konzentration führt [33]. Inwieweit der Stoffaustausch durch eine rein stoffliche Ungleichverteilung beeinträchtigt wird, ist unklar.

Zwischenverteiler werden zahlreich in Kolonnen eingesetzt, um die Wirkung bereits existierender Maldistribution nach unten hin abzdämpfen. Diese Einbauten führen die Flüssigkeit für einen gezielten Konzentrationsausgleich in einem Punkt zusammen und verteilen sie anschließend wieder möglichst gleichmäßig. Durch den angestrebten Konzentrationsausgleich entstehen großvolumige Querströme und starke Turbulenzströmungen, die die hydraulische Gleichverteilung erschweren [32]. Zwischenverteiler können somit selbst Ursprung von neuer Maldistribution sein. Um die Gefahr von hydraulischer Ungleichverteilung durch große Querströme und Geschwindigkeitsgradienten zu senken, haben Zwischenverteiler mehrere Verteilerstufen und große Stauhöhen. Dadurch benötigt eine Neuverteilung mit gezieltem Konzentrationsausgleich viel Höhe.

Vom Standpunkt der Hydraulik aus, sollte eine Gleichverteilung nach hydraulischem Ausgleich ohne gezielten Konzentrationsausgleich (vgl. **Abbildung 2–9 (b)**) einfacher sein.

Damit verbunden wären völlig neue Möglichkeiten der Auslegung von Zwischenverteilern, die z.B. folgende Vorteile bringen:

- Vermeidung einzelner großer Querströme
- Reduzierung des störend wirkenden und oftmals unnötigen horizontalen Transports der Flüssigkeit
- Reduzierung der Verteilerabmessungen bei gleichbleibender oder sogar verbesserter Verteilgüte
- Reduzierung des Holdup, denn gegenüber einer konventionellen Sammler-Verteiler-Vorrichtung würde sich durch eine kleinere Anzahl von Verteilerstufen der Flüssigkeitsinhalt verringern

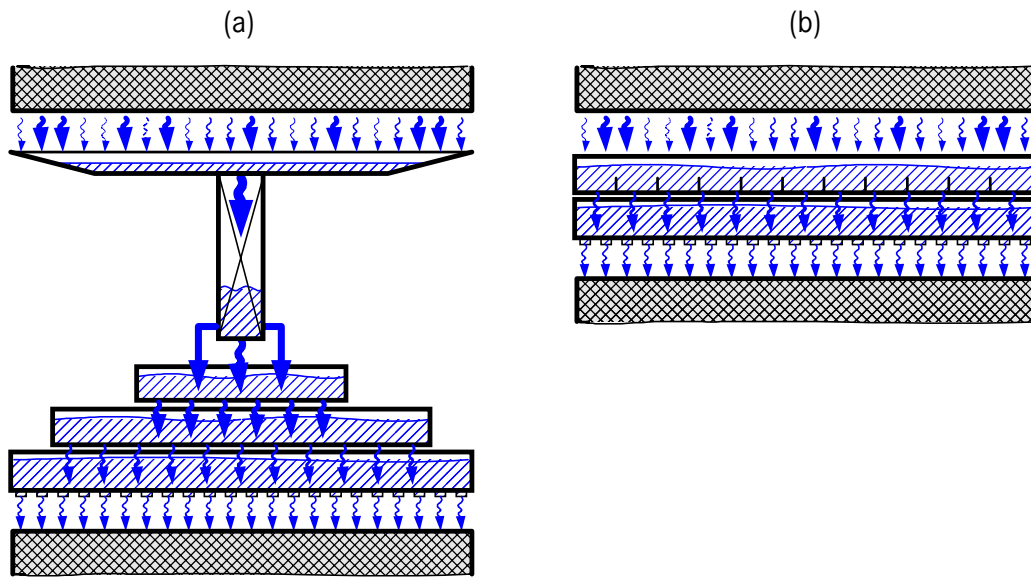


Abbildung 2-9: (a) hydraulischer Ausgleich *mit* gezieltem Konzentrationsausgleich
(b) hydraulischer Ausgleich *ohne* gezielten Konzentrationsausgleich

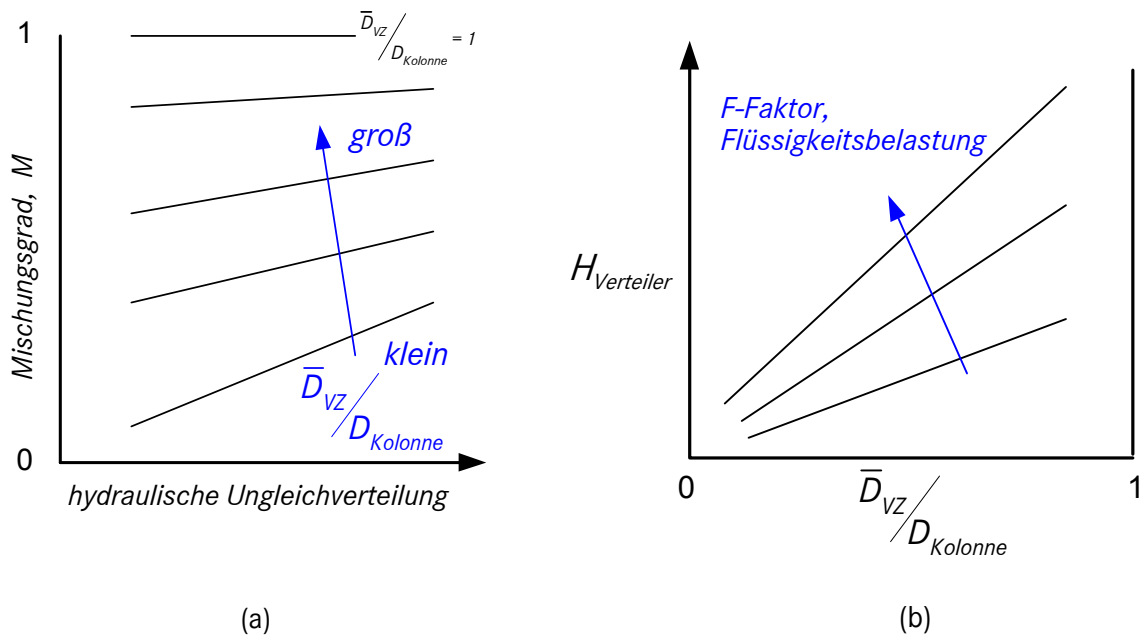


Abbildung 2-10: (a) Überlegung zur Abhängigkeit der Intensität des Mischvorgangs von der aufgetragenen hydraulischen Ungleichverteilung:
Je größer die vorherige Ungleichverteilung, desto größer ist die zwangsläufig stattfindende regionale Vermischung

(b) Überlegung zur Abhängigkeit der notwendigen Zwischenverteilerhöhe $H_{Verteiler}$ von der Größe des mittleren Durchmessers einer lokalen Verteiler-Zone \bar{D}_{VZ} :
Je größer man die regionale Vermischung möchte, desto mehr Höhe sollte man einplanen.

Neben vielen Vorteilen hat diese Form der Neuverteilung auch einen Nachteil. Ein vollständiger Konzentrationsausgleich über den gesamten Kolonnenquerschnitt ist nicht möglich. Jedoch gibt es im Verteiler mehrere Zonen mit lokal begrenztem Konzentrationsausgleich. Anzahl und Größe dieser Zonen (mit einem lokalen Verteilungsdurchmesser D_{VZ}) sowie die lokale Intensität des Mischvorgangs können unterschiedlich sein. Diese veränderlichen Größen sind von der Verteilerkonstruktion und der aufgeprägten bzw. von oben kommenden hydraulischen Ungleichverteilung abhängig. Daraus ergeben sich Auswirkungen auf die resultierende Konzentrationsverteilung und die notwendige Verteilerhöhe wie Überlegungen in **Abbildung 2–10** erkennen lassen.

In den Überlegungen dient der mit Hilfe der relativen Standardabweichung s_{rel} zu berechnende Mischungsgrad M als Maß zur Bewertung des Mischvorgangs im gesamten Verteiler.

$$M = 1 - s_{rel} \quad (2-35)$$

Dabei kennzeichnen die Werte s_{rel} gleich Null und M gleich 1 die ideale Gleichverteilung der Komponenten, bei der alle Zonen der letzten Verteilerstufe unmittelbar vor der Flüssigkeitsaufgabe die gleiche Zusammensetzung aufweisen. Die zu berücksichtigende relative Standardabweichung s_{rel} ergibt sich aus dem Verhältnis der Standardabweichung s zur Standardabweichung des Ausgangszustandes s_0 [44].

$$s_{rel} = \frac{s}{s_0} \quad (2-36)$$

Die Standardabweichung s vom Konzentrations-Mittelwert \bar{x} dient hier entsprechend den Gleichungen (2–37) und (2–38) als Maß für die Schwankung der Einzelwerte x_i einer Anzahl N von fiktiven Konzentrationsproben [44]. Es gilt

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad , \quad (2-37)$$

und
$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i \quad (2-38)$$

Die Vorrichtung von **Abbildung 2–9 (b)** gibt den hydraulischen Ausgleich absolute Priorität. Eine quantitative Bewertung der Auswirkungen auf die Trennleistung einer Kolonne ist ohne eine experimentelle Analyse der Strömung oder einer numerischen Strömungssimulation eines derartigen Verteilers nur schwer möglich. Immerhin lässt sich das Potenzial hinsichtlich der hydraulischen Gleichverteilung mit Hilfe der Verteilergeometrie grob abschätzen.

Für das in **Abbildung 2–11** dargestellte Beispiel ergibt sich entsprechend den Gleichungen (2–30) und (2–39) zwischen den Ausflussöffnungen des Verteilerkanals eine Maldistribution λ_r .

$$\lambda_r = \frac{\dot{V}_2 - \dot{V}_1}{\dot{V}_2} \quad (2-39)$$

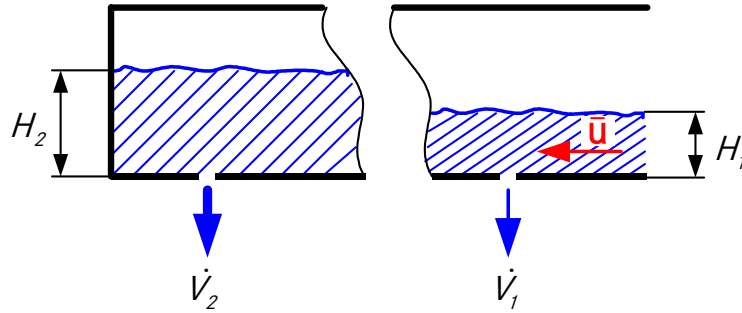


Abbildung 2-11: Schematische Darstellung zur Erläuterung der Berechnung des Ausflusses

Mit der Bernoulli-Gleichung (2-25), Gl. (2-39) und der Randbedingung

$$1 - \lambda_r \geq \sqrt{\frac{H_1}{H_2}} \quad , \quad (2-40)$$

ergibt sich für einen beliebigen λ_r -Grenzwert eine maximale zulässige lokale Strömungsgeschwindigkeit nach der Beziehung

$$\bar{u} \leq \sqrt{2 \cdot g \cdot (1 - (1 - \lambda_r)^2)} \cdot \sqrt{H_2} \quad (2-41)$$

Im Umkehrschluss kann bei gegebener lokaler Strömungsgeschwindigkeit und Stauhöhe die Abweichung von der hydraulischen Gleichverteilung bestimmt werden.

$$\lambda_r = 1 - \sqrt{1 - \frac{\bar{u}^2}{2 \cdot g \cdot H}} \quad (2-42)$$

Die **Abbildung 2-12** zeigt einen Vergleich der beiden Verteilungs-Prinzipien basierend auf der optimistischen Annahme, dass ein Zwischenverteiler für den hydraulischen Ausgleich ohne gezielten Konzentrationsausgleich durch seine Bauweise eine doppelt so große Stauhöhe nutzen kann. Es kann daher erwarten werden, dass an den Tropfstellen die Abweichung der Ausflussmenge vom durchschnittlichem Wert kleiner ist als bei herkömmlichen Verteilern hoher Qualität. Diese weisen durch ihre Mehrstufigkeit Schwankungen von weniger als 5 bis 6 % auf ([42], [50]).

Obige Annahme stützt sich auf die Tatsache, dass in einer Kolonne mit großem Durchmesser (≥ 3 m) allein Zulauf und Mischtopf zwischen Sammler und Vorverteiler 1 m Höhe beanspruchen. Zieht man beispielsweise die typischen Abmaße der in dieser Arbeit verwendeten Flüssigkeitsverteiler in Betracht, dann lässt sich die Höhe für die Zwischenverteilung um ca.

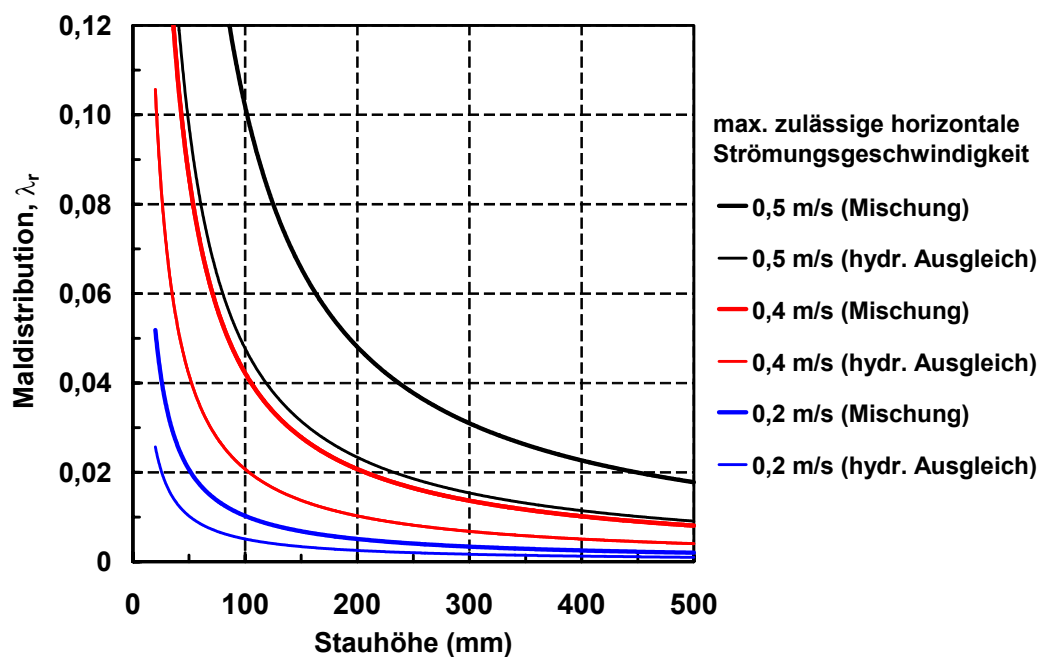


Abbildung 2-12: Vergleich der maximal zulässigen horizontalen Strömungsgeschwindigkeit im Verteilerkanal für einen konventionellen Zwischenverteiler und einem Zwischenverteiler für den hydraulischen Ausgleich *ohne* gezielten Konzentrationsausgleich unter der Annahme, dass durch den neuartigen Verteiler jeweils die doppelte Stauhöhe zur Verfügung steht

40 % verringern (vgl. **Tabelle 2-1**). Damit ist es möglich, die ursprüngliche Höhe für den hydraulischen Ausgleich und das Verteilen (680 mm) um 80 % zu erhöhen.

Tabelle 2-1: Abmaße für die Zwischenverteilung

Bezeichnung	mit Mischung Höhe in mm	ohne Mischung Höhe in mm
Sammler mit Ringkanal	360*	360**
Zulaufrohr	200*	
Vorverteiler (1. Stufe)	300*	
Armkanalsystem (2. Stufe)	380*	380**
Resultierende Höhe für die Zwischenverteilung	1240	740

* Quelle: Fa. Sulzer Chemtech

** geschätzt

Es stellt sich an dieser Stelle die Frage:

⇒ Wie stark wird die Trennleistung einer Packungskolonne durch den eingeschränkten Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung beeinflusst ?

3 Berechnungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit

3.1 Auswahl einer geeigneten Untersuchungsmethode

Für die Untersuchung zum Einfluss des Konzentrationsausgleichs vor der Neuverteilung in einer Stoffaustauschkolonne gibt es prinzipiell zwei Möglichkeiten:

- Beobachtung der Vorgänge an einer realen Versuchskolonne oder
- Numerische Untersuchung zum Einfluss des Konzentrationsausgleichs

In beiden Fällen muss berücksichtigt werden, dass:

- zunächst „im oberen Kolonnenteil“ möglichst reproduzierbar eine hydraulische Ungleichverteilung vorgegeben werden kann
- eine kurze obere Packungssektion, die eine bewusst vom Verteiler vorgegebene hydraulische Ungleichverteilung möglichst nicht verändert
- die hydraulische Ungleichverteilung in der Packung zu einer deutlichen stofflichen Ungleichverteilung führt
- eine hydraulische gleichmäßige Neuverteilung mit und ohne vollständigen Konzentrationsausgleich vollzogen wird

Die Unsicherheit dabei ist, dass die Konzentrationsverteilung im oberen Teil der Kolonne auch davon abhängt, was im unteren Teil stattfindet, d.h. ob der Zwischenverteiler im unteren Teil für gleichmäßigen Betrieb sorgt oder nicht. Insofern beeinflusst ein Zwischenverteiler also den Stoffaustausch nach unten *und* nach oben.

Aufgrund des großen technischen Aufwandes und der bisherigen Erfahrungen wäre es wirtschaftlich nicht vertretbar, die Fragestellung sofort experimentell zu untersuchen. Deshalb wurde mit einer numerischen Untersuchung begonnen.

Dazu wurde zunächst eine Abschätzung des Einflusses der Ungleichverteilung mit dem einfachen *Zwei-Kolonnen-Modell* durchgeführt. Ein ähnliches Modell wurde bereits von **HUBER** und **HILTBRUNNER** [12] für Kolonnen bei vollständigem Rücklauf (vgl. **Abbildung 3–1** Fall (c)) sowie nachfolgend von **YUAN** und **SPIEGEL** [45] für Kolonnen mit teilweisem Rücklauf benutzt. **Abbildung 3–1** skizziert wie zur Beschreibung der Ungleichverteilung zwei parallele Kolonnen bzw. Kolonnenäste separat mit Flüssigkeit beaufschlagt werden können, so dass sich bei aufgeprägter Ungleichverteilung mit zunehmender Länge der Stoffaustauschstrecke die Flüssigkeitskonzentrationen der beiden Äste zunehmend unterscheiden. Auf eine ungleiche Verteilung der Gasphase wird verzichtet, denn letztlich ist das Verhältnis von Flüssigkeitsmenge zu Dampfmenge (\dot{L}/\dot{V}) im Kolonnenast für das Trennergebnis entscheidend. Es ist nur von geringer Bedeutung, ob \dot{L}/\dot{V} über dem Kolonnenquerschnitt variiert aufgrund ungleich verteilter Strömung der Gasphasen oder ungleich verteilter Strömung der Flüssigphase eingestellt ist. Insofern basiert die Untersuchung auf der Annahme, dass die Ungleichvertei-

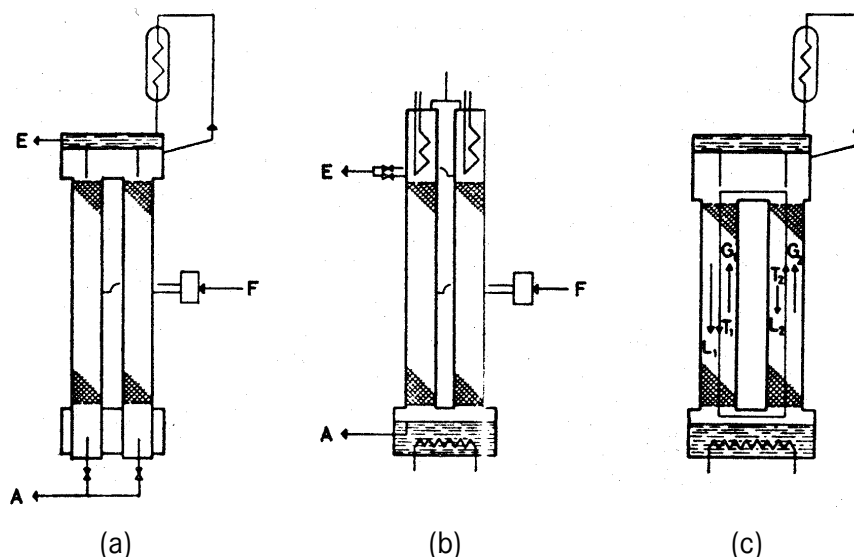


Abbildung 3–1: Drei Typen von Parallelrohrkolonnen nach [12]

- (a) Kondensator gemeinsam, Reboiler separat
- (b) Kondensator separat, Reboiler gemeinsam
- (c) Kondensator und Reboiler gemeinsam

lung der Konzentration ausschließlich durch eine fluiddynamische Fehlverteilung der flüssigen Phase verursacht ist.

Diese Vorstellung stützt sich auf publizierte Messdaten, welche darauf schließen lassen, dass die Konzentrationsungleichverteilung eine Folge der fluiddynamischen Ungleichverteilung der Flüssigkeitsphase ist [33]. Über eine eventuelle Ungleichverteilung der Dampf- bzw. Gasphase ist wie oben erwähnt sehr wenig bekannt, außer dass in den Veröffentlichungen zu diesem Thema fast ausnahmslos die Verteilung der Dampf- bzw. Gasphase (zumindest für Kolonnen geringen Durchmessers) für weniger kritisch als die der Flüssigphase eingeschätzt wird ([2], [24], [40]).

In der Literatur finden sich noch weitere sehr ähnliche Modelle. So beschreiben **ZUIDERWEG** und **HOEK** [48] mit einem derartigen Modell die Auswirkung der natürlichen Ungleichverteilung auf die Trennleistung. In anderen Publikationen beschreibt **ZUIDERWEG ET AL.** ([47], [49]) mit Hilfe eines solchen Kolonnenmodells den Einfluss einer großräumigen Ungleichverteilung, die durch eine fehlerhafte Flüssigkeitsaufgabe erzeugt wird und trotz Quervermischung in der Dampf- und Flüssigkeitsphase Auswirkungen auf die Trennleistung hat.

Der grundlegende Ansatz des Zwei-Kolonnen-Modells ist die unterschiedliche Verteilung der Flüssigkeitsströme auf den „linken“ bzw. „rechten“ Kolonnenast. Ausgedrückt wird die Ungleichverteilung der Flüssigphase durch den Verteilungskoeffizienten v_M

$$v_M = \dot{L}_L^{vol} / \dot{L}_R^{vol} \quad (3-1)$$

Wertet man die Definitionsgleichung (2–15) für den Maldistributionsfaktor für das Zwei-Kolonnen-Modell aus, so folgt

$$M_{f, \text{Modell}} = \sqrt{\frac{1}{2} \sum_{i=L,R} \left(\frac{\dot{L}_i^{\text{vol}} - \dot{L}_{\text{mittel}}^{\text{vol}}}{\dot{L}_{\text{mittel}}^{\text{vol}}} \right)^2} = \frac{\dot{L}_{L,R}^{\text{vol}} - \dot{L}_{\text{mittel}}^{\text{vol}}}{\dot{L}_{\text{mittel}}^{\text{vol}}}, \quad (3-2)$$

mit
$$\dot{L}_{\text{mittel}}^{\text{vol}} = \frac{1}{2} (\dot{L}_L^{\text{vol}} + \dot{L}_R^{\text{vol}}) \quad (3-3)$$

und mit der Indizierung L für linker und R für rechter Kolonnenast. Der Definition entsprechend ist $\nu_M \geq 1$, wobei mit $\nu_M = \dot{L}_L^{\text{vol}} / \dot{L}_R^{\text{vol}} = 1$ eine Kolonne bei Gleichverteilung beschrieben wird.

YUAN und **SPIEGEL** [45] bewerteten die Stärke der Ungleichverteilung im Zwei-Kolonnen-Modell über den Maldistributions-Parameter λ , nach der Beziehung:

$$\lambda = \frac{\dot{L}_L^{\text{vol}} - \dot{L}_R^{\text{vol}}}{\dot{L}_L^{\text{vol}} + \dot{L}_R^{\text{vol}}} \quad (3-4)$$

Bei dieser Betrachtungsweise wird für die Dampfphase eine Kolbenströmung angenommen und es gilt $0 \leq \lambda \leq 1$. Hierbei ist der Maldistributions-Parameter λ ein Maß für den auf den Flüssigkeitsdurchsatz bezogenen Unterschied zwischen dem Flüssigkeitsstrom im linken und rechten Kolonnenast.

In der vorliegenden Arbeit wird der Maldistributions-Parameter λ verwendet. Die Analogie von Maldistributionsfaktor M_f und Maldistributions-Parameter λ zeigt sich in **Abbildung 3-2**.

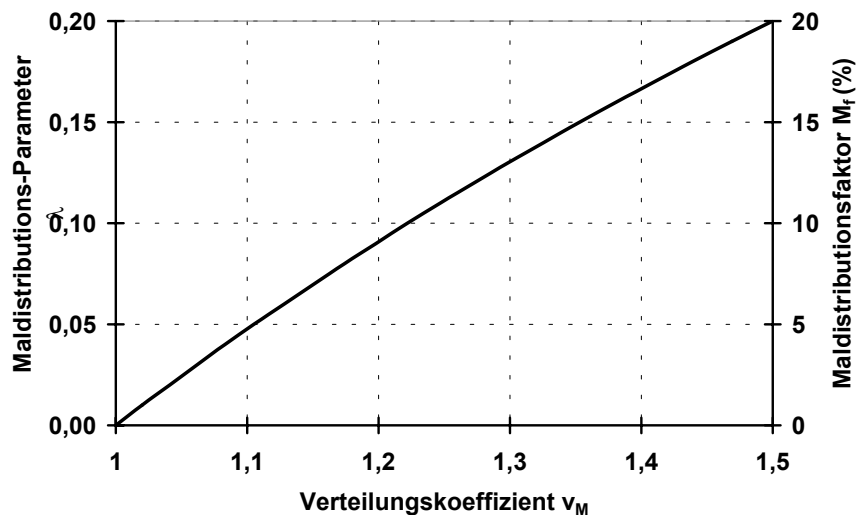


Abbildung 3-2: Zusammenhang zwischen Maldistributionsfaktor M_f und Maldistributions-Parameter λ

Das im Rahmen dieser Arbeit angewandte Prinzip zur Untersuchung ist in der **Abbildung 3-3** schematisch dargestellt und kennzeichnet sich dadurch, dass:

- eine Kolonne mit zwei Packungssektionen simuliert wird, wobei die untere Sektion deutlich höher ist als die obere
- ausschließlich die obere Packungssektion ungleichmäßig mit Flüssigkeit beaufschlagt wird und dadurch eine Konzentrationsungleichverteilung entsteht
- ein Sammler die Rücklaufflüssigkeit der fiktiven parallelen Kolonnenäste unterhalb der oberen Packungssektion getrennt auffängt und anschließend entweder direkt zum Zwischenverteiler leitet oder für einen gezielten Konzentrationsausgleich in den sogenannten Mischbehälter
- ein Zwischenverteiler die Ströme der Rücklaufflüssigkeit hydraulisch ausgleicht und dann gleichmäßig auf die untere Packungssektion neuverteilt
- eine typische Trennaufgabe gelöst wird
- die Stoffaustausch-Berechnung mit dem Gleichgewichtsstufenmodell erfolgt, anhand der sich ergebenden Konzentrationen oberhalb, unterhalb und zwischen den Packungssektionen

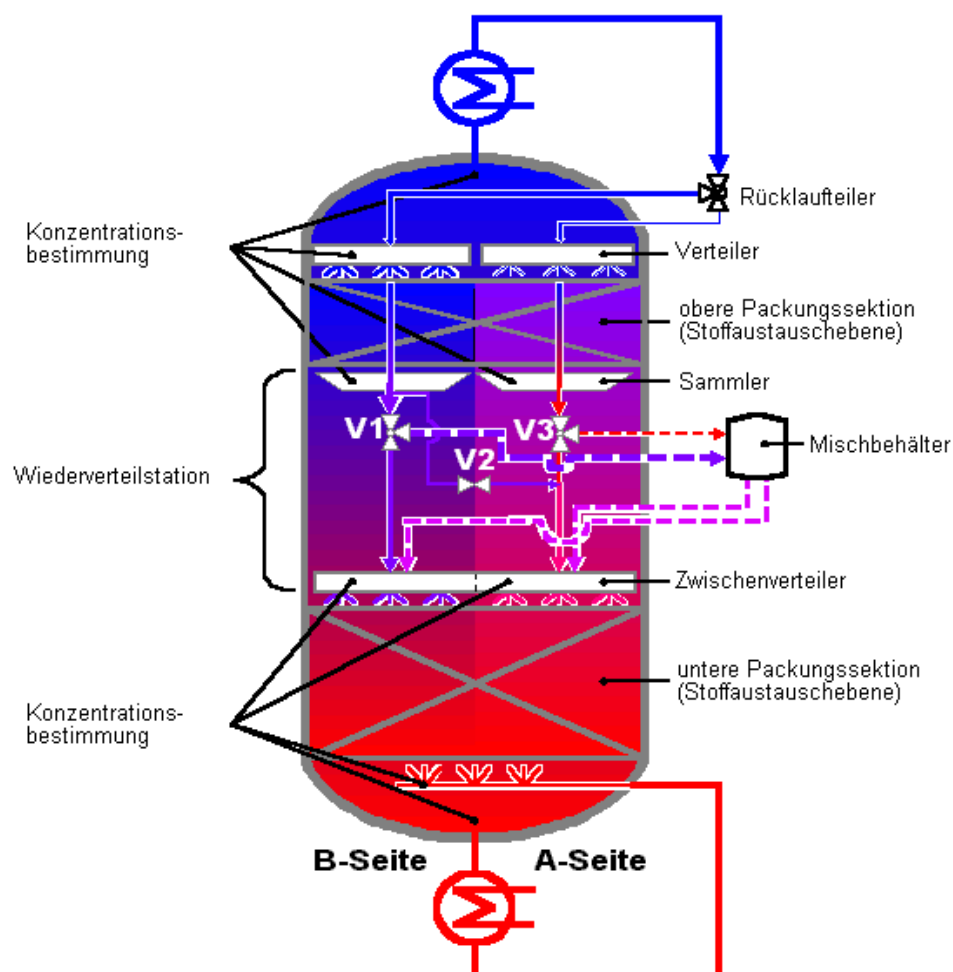


Abbildung 3-3: Funktionsprinzip der Untersuchung

Die unterschiedliche Stärke der Flüssigkeitsbelastung wird durch eine differenzierte Linienstärke veranschaulicht. Dadurch hervorgerufene Temperatur- und Konzentrationsunterschiede werden in der **Abbildung 3–3** andeutungsweise durch Farbwechsel illustriert. Drei Ventile sollen andeuten, dass der Strömungsverlauf gesteuert werden kann. Die unterbrochenen Linien lassen den optionalen Strömungsverlauf erkennen, bei dem ein separater Mischbehälter für einen gezielten Konzentrationsausgleich genutzt wird. In diesem Fall müssten entgegen der Darstellung vom Zwischenverteiler zur unteren Packungssektion Linien gleicher Färbung ausgehen.

3.2 Genauigkeit numerischer Simulationen

Bei jeder numerischen Simulation stellt sich die Frage, wie genau die interessierenden Größen berechnet werden können. Neben der Unsicherheit, die von der Güte des physikalischen Modells herrührt, liefern numerische Berechnungsverfahren Näherungslösungen, die mit folgenden mathematischen, physikalischen und individuellen Fehlern behaftet sind:

- *Diskretisierungsfehler*, die den Unterschied zwischen der exakten Lösung eines Differentialgleichungssystems und der exakten Lösung des durch Diskretisierung entstandenen algebraischen Gleichungssystems. Diese Fehler werden also von der Feinheit des Gitters geprägt, mit dem die Diskretisierung erfolgt. Das vertikale Zerlegen der Kolonne in nur zwei oder sehr wenige Teilkolonnen (oder Parallelkolonnen) mit unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastungen führt zu Diskretisierungsfehler.
- *Konvergenzfehler* (oder mathematische Lösungsfehler), die den Unterschied zwischen der exakten Lösung des algebraischen Gleichungssystems für einen gegebenen Betriebszustand und der numerischen Näherungslösung kennzeichnen. Sie entstehen durch das Abbrechen der Iteration und durch Rundungsfehler. Durch die Vorgabe entsprechender Konvergenzkriterien lassen sich genügend kleine Konvergenzfehler erreichen. Folgende relativen Toleranzen wurden bei den Prozessströmen erzielt:
 - Molarer Anteil einer Komponente: $< 10^{-6}$
 - Druck: $< 10^{-4}$
 - Temperatur: $< 10^{-4}$
- *Modellfehler*, die den Unterschied zwischen der exakten Lösung des zu Grunde liegenden mathematischen Modells und der Wirklichkeit kennzeichnen. Vereinfachende Annahmen, wie z.B. Kolbenströmung der Dampfphase oder keine radialen Druckdifferenzen über den simulierten Kolonnenquerschnitt führen zu physikalischen Modellfehlern.

Zusätzlich können noch durch den Bearbeiter *Implementierungsfehler* durch fehlerhafte Randbedingungen und fehlerhafte Eingaben etc. entstehen.

3.3 Berechnung der Trennleistung

3.3.1 Vereinfachende Annahmen

Vermutlich wäre es sinnvoll, Kolonnen mit großem Durchmesser zu simulieren, da gerade sie hohe Zwischenverteiler benötigen und zu Ungleichverteilung neigen. Die modellhafte Aufteilung einer solchen Kolonne in viele parallele Kolonnenäste mit unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastungen kommt der Wirklichkeit näher als das Zwei-Kolonnen-Modell. Eine solche detaillierte Gliederung ist jedoch zu komplex, als dass ihre Berechnung mit den zur Verfügung stehenden Computern und Software in einer akzeptablen Zeit berechnet werden könnte. Daher ist bei der Berechnung die Beschränkung auf eine extrem großräumige Ungleichverteilung notwendig. Neben dieser strukturellen Beschränkung gilt es zu prüfen, welche weiteren Vereinfachungen möglich sind, ohne dabei wesentliche Informationen zu verlieren. Ziel dieser Überlegungen ist es, die Berechnungen so effektiv wie möglich zu gestalten. In diesem Zusammenhang bedeutet *effektiv*:

- den Aufwand vor und nach der Simulation gering zu halten
- kurze Rechenzeiten zu realisieren
- wenig Arbeitsspeicher für die Berechnung zu verwenden

Zu diesem Zweck muss analysiert werden, welche Informationen bei der numerischen Berechnung unbedingt zu gewinnen sind, und auf welche zunächst verzichtet werden kann.

Der Simulationsaufwand wird im Wesentlichen durch folgende Faktoren beeinflusst:

- stationäre bzw. instationäre Berechnung
- Anzahl der Kolonnenäste (Diskretisierung der Kolonne in separate Teilkolonnen)
- Anzahl der theoretischen Trennstufen
- Anzahl der Fluidströme
- Ausprägung der Quervermischung von Dampf und Flüssigkeit zwischen Kolonnenästen
- vorgegebene Genauigkeit der Lösung (Konvergenzkriterium)

Soll das Systemverhalten unter zeitlich veränderlichen äußeren Bedingungen oder inneren Parametern untersucht werden, entstehen sehr schnell komplexe Szenarien, die nicht mehr effizient zu beherrschen sind. Daher besteht die erste Vereinfachung in der Beschränkung auf die Untersuchung des *stationären* Verhaltens unter vorgegebenen Bedingungen.

Es wurde weiterhin vereinfachend angenommen, dass:

- das Testgemisch beim Einfüllen je zur Hälfte aus cis-Dekahydronaphthalene (cis-Dekalin) und trans-Dekahydronaphthalene (trans-Dekalin) besteht
- ein ideales binäres Testsystem mit kleiner relativen Flüchtigkeit ($\alpha \approx 1,35$) getrennt werden soll

- bei Gleichverteilung die obere Packungssektion 11 theoretische Trennstufen (NTS*) aufweist und die untere Packungssektion 19 theoretische Trennstufen
- die Dampfströmung einer gleichverteilten Kolbenströmung entspricht
- ein Rücklaufverhältnis r von 300 einen totalen Rücklauf angemessen simuliert (vgl. Anhang S. 135)
- Kopfdruck und Druckverlust über die Kolonne in allen Kolonnenästen gleich sind
- unmittelbar in einem Punkt bzw. Bereich, wo verschiedene Ströme zusammengeführt werden, ein vollständiger Konzentrationsausgleich stattfindet
- der Wärmeverlust vernachlässigbar ist, d.h. die Kolonne näherungsweise adiabatisch ist

Zusätzlich wird entgegen der Darstellungen in Kapitel 2.2.2 die Annahme getroffen, dass die Qualität der Flüssigkeitsaufgabe von den Strömungsvorgängen im Zwischenverteiler unabhängig ist.

Es wurde bewusst fast totaler Rücklauf simuliert, weil zum einen die negativen Effekte der Maldistribution bei totalem Rücklauf deutlicher in Erscheinung treten als bei partiellem Rücklauf und zum anderen, weil die Versuchsanlage zur Verifikation der Modellrechnungen nur bei totalem Rücklauf betrieben werden kann. Daneben wurden auch Modellrechnungen mit nahezu minimalem Rücklaufverhältnis durchgeführt, deren Ergebnisse mit denen bei totalem Rücklauf qualitativ übereinstimmen (siehe Kapitel 5.2 **Abbildung 5–9**).¹

3.3.2 Verwendetes Programm

Aufgrund der kommerziellen Verbreitung und Verfügbarkeit als Campuslizenz wurde zur numerischen Prozesssimulation das Programmpaket PRO/II® in den Versionen 4.0 bis 5.1 der Fa. Simulation Sciences Inc. eingesetzt.

Das Programm erlaubt die Vorausberechnung von Stofftrennkolonnen. Die verwendete Software beinhaltet Zustandsgleichungen, welche derzeit als Standard akzeptiert sind und die aufgrund sorgfältiger Anpassung an eine Vielzahl von experimentellen Daten ausreichende Genauigkeit gewährleisten.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten numerischen Simulationen sind dadurch gekennzeichnet, dass

- auf einer Microsoft Windows kompatiblen Oberfläche ein Prozessfließbild erzeugt wird (vgl. **Abbildung A–1**)
- das Gleichgewichtstrennstufenmodell verwendet wird

¹ Angeregt durch eine Diskussion mit Herrn Dipl.-Phys. M. Streich im Rahmen der Internen Arbeitssitzung des GVC-Fachausschusses „Thermische Zerlegung von Gas- und Flüssigkeitsgemischen“ (GVC) und „Adsorption“ (DECHEMA/GVC) vom 5. bis 6. April 2001 in Bamberg, Deutschland

- eine Energie- und Enthalpie-Bilanzierung stattfindet (vgl. Anhang S. 135)
- mit realen Stoffdaten gerechnet wird, also z.B. mit variabler relativer Flüchtigkeit
- hinsichtlich der Hydraulik nur der Druckverlust innerhalb der Kolonne berücksichtigt wird, nicht aber der Einfluss der Dampf- und Gasbelastung auf die Trennwirkung

Im folgenden Abschnitt 3.3.3 werden verschiedene Parameterstudien des Zwei-Kolonne-Modells vorgestellt, mit denen der Einfluss der Neuverteilung und insbesondere des Konzentrationsausgleichs bei vorgegebener Ungleichverteilung theoretisch untersucht wurde.

3.3.3 Modellbeschreibung des einfachen Zwei-Kolonnen-Modells

Das Zwei-Kolonnen-Modell ist dadurch gekennzeichnet, dass wie erwähnt und in **Abbildung 3–4** dargestellt, die Kolonne in zwei parallele Kolonnenäste unterteilt wird. Jeder einzelne Kolonnenast gliedert sich in zwei Teilkolonnen. Diese Teilkolonnen stellen einen Teil der oberen und unteren Packungssektion dar. Der Anteil einer solchen Teilkolonne an der jeweiligen Packungssektion entspricht dabei genau der Hälfte. Innerhalb jeder Teilkolonne bleibt die Durchsatzmenge an Dampf und Flüssigkeit konstant. Gleichwohl kann sie in beiden Kolonnenästen verschieden sein. Das heißt, ohne Berücksichtigung möglicher Quervermischung und natürlicher Ungleichverteilung bleibt die durch eine ungleiche Flüssigkeitsaufgabe am Kopf verursachte Maldistribution in ihrer Stärke über die gesamte Höhe der oberen Teilkolonnen erhalten. Eine Quervermischung, die zu einer Vergleichmäßigung führen würde, findet in der Packung nicht statt.

Eine Verdampfereinheit erzeugt aus dem im Sumpf zusammengefassten Flüssigkeitsgemisch den geforderten Dampfstrom \dot{V} . Den beiden unteren Teilkolonnen wird der Dampf, in **Abbildung 3–4** dargestellt durch rote gestrichelte Linien mit Richtungspfeil, zu gleichen Mengen auf ihren untersten bzw. letzten theoretischen Boden zugegeben. Der Dampf steigt im Gegenstrom zur Flüssigkeit empor, verlässt am Kopf die Teilkolonnen und wird direkt den oberen Teilkolonnen zugeführt. Diese durchströmt der Dampf in gleicher Art und Weise. Nachfolgend wird der Dampf beider Kolonnenäste zusammengebracht, gemischt und im Kondensator verflüssigt. Von dieser Flüssigkeit, mit der resultierenden Zusammensetzung x_K , wird ein sehr kleiner Teil als Kopfprodukt abgezogen. Der abgezogene Kopfproduktstrom ist halb so groß wie der Feed F . Das ist notwendig, weil das Softwareprogramm nur stationäre Prozesssimulation unterstützt. Abgesehen vom Feed verlangt es mindestens einen ebenso großen Produktstrom zur Einhaltung der Stoffbilanz.

Die Rücklaufflüssigkeit, dargestellt durch blaue Linien mit Richtungspfeil, wird aufgeteilt. Am Kopf der Teilkolonnen auf beide Kolonnenäste aufgegeben, durchströmt sie diese nach unten. Das Verteilungsverhältnis kann beliebig zwischen Gleichverteilung (Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,00$) und extrem starker Ungleichverteilung (Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,40$) gewählt werden.

Das Rücklaufverhältnis $r = (\dot{V} - \dot{D}) / \dot{D}$ wird über der gesamten Kolonne konstant gehalten. Für den Fall der Gleichverteilung (nachfolgend mit „*“ bzw. „A“ gekennzeichnet) wird beiden Teilkolonnen ein Rücklaufverhältnis $r_{L,R}$ vorgegeben, das gleich dem Rücklaufverhältnis r der gesamten Kolonne ist. Bei Vorgabe einer Ungleichverteilung sind die resultierenden Rücklaufverhältnisse in den Teilkolonnen r_L und r_R ungleich. Sie sind endlich und haben den Wert $r_L = r \cdot (1 + \lambda)$ bzw. $r_R = r \cdot (1 - \lambda)$. Die aufgeprägte Ungleichverteilung wird in ihrer Stärke variiert. Bei der Fallstudie entspricht die Flüssigkeitsaufgabe des oberen Flüssigkeitsverteilers im:

Fall A:	Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,00$	_____ Gleichverteilung
Fall B:	$\lambda = 0,05$	_____ schwache Ungleichverteilung
Fall C:	$\lambda = 0,10$	_____ mittlere Ungleichverteilung
Fall D:	$\lambda = 0,20$	_____ starke Ungleichverteilung
Fall E:	$\lambda = 0,30$	_____ sehr starke Ungleichverteilung
Fall F:	$\lambda = 0,40$	_____ extrem starke Ungleichverteilung

Zur Veranschaulichung der Ungleichverteilung sind die ein- und austretenden Stoffströme dementsprechend mit unterschiedlichen Linienstärken dargestellt.

Anders als bei Gleichverteilung ist bei der Simulation der Ungleichverteilung zu erwarten, dass auf der gleichen Höhe der Gehalt an Leichtsieder in beiden Kolonnenästen verschieden ist. Er sollte auf derjenigen Seite größer sein, die überdurchschnittlich mit Rücklaufflüssigkeit beaufschlagt wird. Diese Seite erzeugt demnach ein reineres Kopfprodukt.

Analog einer realen Kolonne wird unter der oberen Packungssektion die Rücklaufflüssigkeit gesammelt, um sie anschließend auf die unteren Teilkolonnen von neuem zu verteilen.

Wie bereits angeführt, galt das besondere Augenmerk bei den Berechnungen der Neuverteilung der Zusammensetzung der Rücklaufflüssigkeit. Bei den Fallstudien wurden folgende zwei Betriebsregime untersucht:

- Betriebsregime „Mischung“, d.h. mit gezieltem Konzentrationsausgleich (vgl. **Abbildung 3-4**)
- Betriebsregime „Ausgleich“, d.h. ohne gezielten Konzentrationsausgleich (vgl. **Abbildung 3-5**)

Kennzeichnend für das Betriebsregime „Mischung“ ist, dass die Folgen der aufgeprägten Maldistribution – unsymmetrisches Strömungs-, Temperatur- und Konzentrationsprofil – auf konventionelle Weise, durch hydraulischen Ausgleich und mit gezieltem Konzentrationsausgleich vermindert werden. Demgegenüber findet beim Betriebsregime „Ausgleich“ nur ein hydraulischer Ausgleich statt, d.h. es wird bewusst ein vollständiger Konzentrationsausgleich vermieden.

Nach erfolgter Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit, wird der Feed den beiden Zuläufen der unteren Teilkolonnen zu gleichen Teilen beigemengt. Das resultierende Flüssigkeitsgemisch durchströmt dann den unteren Teil der Kolonnenäste. Am Sumpf jeder Teilkolonne werden

die Rücklaufströme R_L bzw. R_R abgezogen und zusammengeführt, dadurch ergibt sich für das Sumpfprodukt eine resultierende Zusammensetzung x_S . Von diesem Gemisch wird an dieser Stelle die gleiche Flüssigkeitsmenge als Sumpfprodukt abgezogen, wie am Kolonnenkopf Destillat für das Kopfprodukt. Der überwiegende Teil der Flüssigkeit wird dem Verdampfer zugeführt und verbleibt somit in der Kolonne.

Der Anhang enthält mit weiteren schematischen Darstellungen ergänzende Hinweise zu den wesentlichen Fallstudien und Modellmodifikationen.

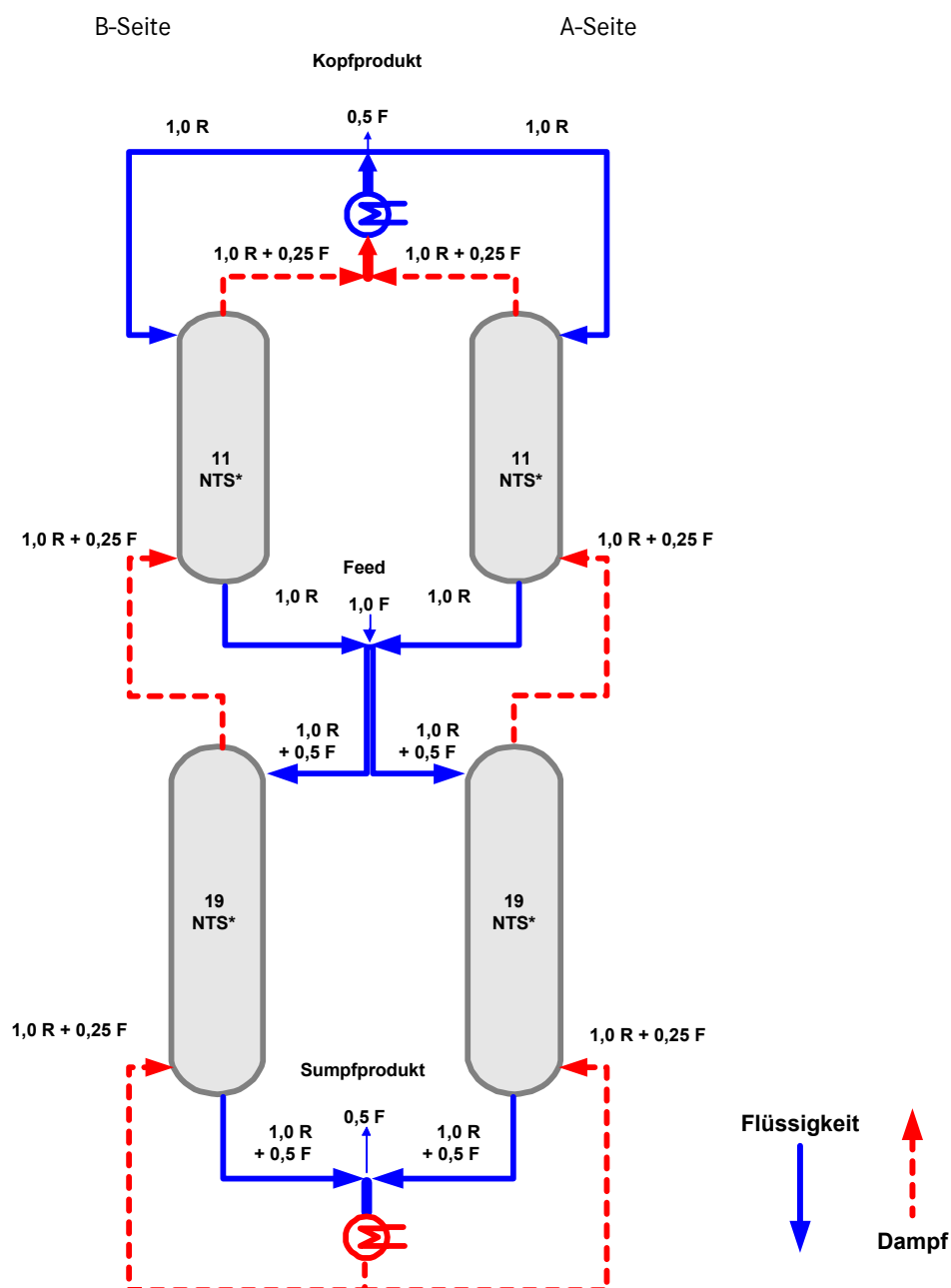


Abbildung 3-4: Einfaches Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“, für die Fallstudie A, einer aufgeprägten Gleichverteilung (Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,00$), ohne Quervermischung bzw. natürliche Ungleichverteilung

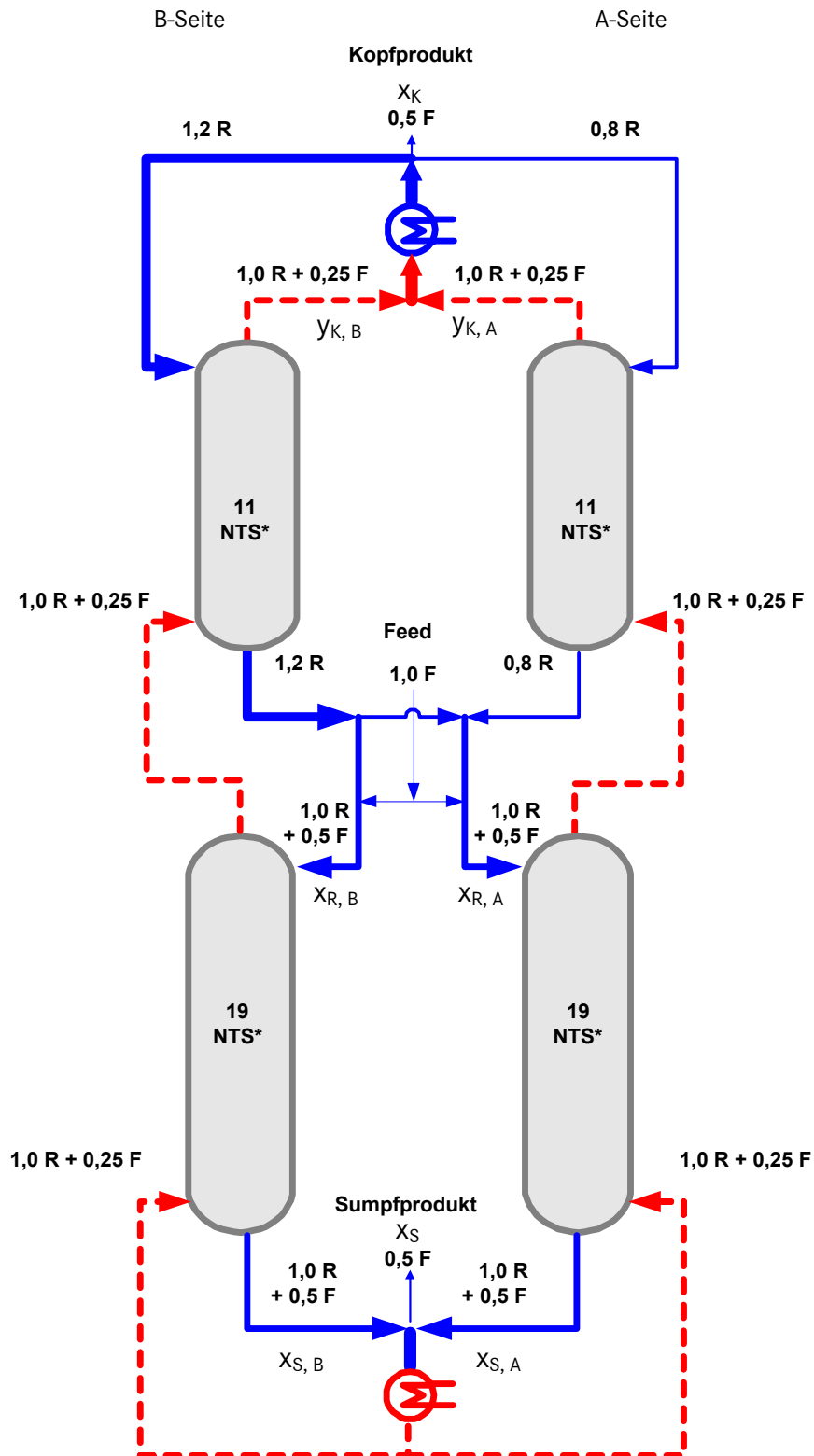


Abbildung 3–5: Einfaches Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Ausgleich“, für die Fallstudie D, einer aufgeprägten starken Maldistribution (Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,20$), ohne Quervermischung bzw. natürliche Ungleichverteilung

3.3.4 Methodik der Auswertung

Die Auswertung der numerischen Simulation wird nachfolgend exemplarisch an einem Beispiel erklärt. Betrachtet wird der in **Abbildung 3–5** dargestellte Fall:

- Einfaches Zwei-Kolonnen-Modell
- Betriebsregime „Ausgleich“
- starke aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,20$), B-Seite erhält mehr Flüssigkeit
- Kopfdruck 50 mbar
- Druckverlust über der Kolonne ca. 20 mbar

Um die Trennleistung der gesamten Kolonne zu bestimmen, wird die Konzentrationszusammensetzung des Kopfproduktes x_K und des Sumpfproduktes x_S benötigt. Die Berechnung der Ströme ergibt einen Anteil des Leichtsieders von 0,9716 für x_K und 0,0284 für x_S . Nach dem Berechnungsansatz laut Gl. (2–8) bis (2–12) ist

$$q = \frac{\frac{x_K}{1-x_K}}{\frac{x_S}{1-x_S}} = 1170,4 \quad (3-5)$$

und

$$NTS = \frac{\ln(q)}{\ln(\alpha)} = \frac{\ln(1170,4)}{\ln(1,3524)} = 23,40 \quad (3-6)$$

Geht man davon aus, dass die obere Packungssektion 10 Lagen entspricht und die untere 18, dann beträgt bei einer Lagenhöhe von 19,9 mm die totale Packungshöhe 5,57 m. Daraus folgt für die Trennleistung

$$NTSM = \frac{NTS}{H_{Test}} = \frac{23,40}{5,57 \text{ m}} = 4,20 \text{ m}^{-1} \quad (3-7)$$

Die Trennleistung der einzelnen Packungssektionen und Kolonnenäste kann jedoch nur annähernd bestimmt werden. Das liegt einerseits daran, dass obwohl die relative Flüchtigkeit α über der Kolonne variiert, die Berechnung mit einem gemittelten α -Wert erfolgt. Andererseits, zwei Sachverhalte bei der Berechnung unberücksichtigt bleiben, die Enthalpie und die Abhängigkeit der Trennwirkung vom *F-Faktor*.

Um beispielsweise eine Vorstellung über die Trennleistung der unteren Packungssektion zu erlangen, werden 3 Ströme (Sumpfprodukt der A-Seite $x_{S, A}$, Sumpfprodukt der B-Seite $x_{S, B}$ und resultierendes Sumpfprodukt x_S) analysiert. Aus den Konzentrationszusammensetzungen der beiden gleichgroßen Zulaufströme $x_{R, A}$ und $x_{R, B}$ lässt sich eine resultierende Konzentrationszusammensetzung oberhalb der unteren Packungssektion x_R bilden. Diese wird in Gl. (3–5) anstelle von x_K eingesetzt, wobei der weitere Berechnungsvorgang äquivalent ist.

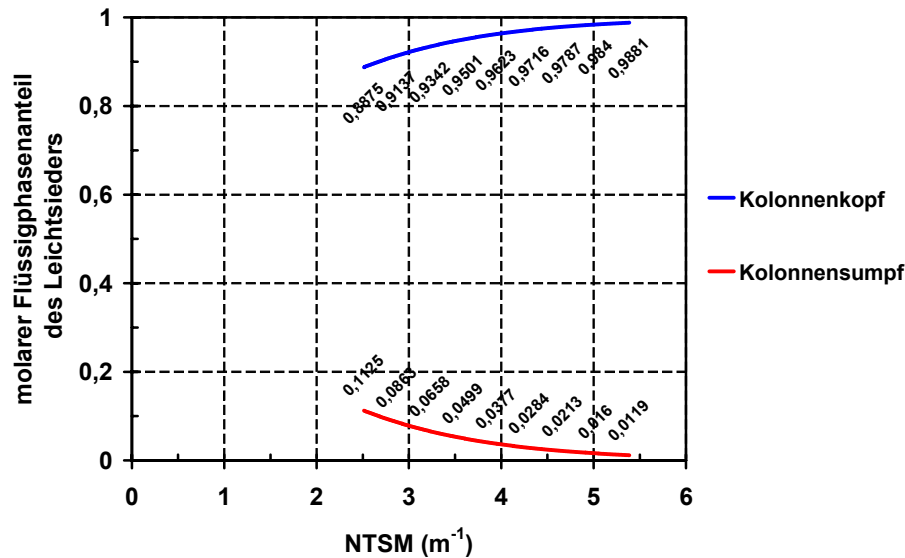


Abbildung 3-6: Berechnete Abhängigkeit der Produktreinheit von der Trennleistung

Die Trennleistung der einzelnen oberen Kolonnenäste wird mit der gemeinsamen „Kopfreinheit“ x_K und nicht mittels der unterschiedlichen Werte $y_{K,A}$ und $y_{K,B}$ ermittelt.

Abbildung 3-6 veranschaulicht, wie sich die Konzentration von trans-Dekalin im Kopf und im Sumpf der Kolonne ändert, wenn infolge Maldistribution unterschiedliche Trennleistungen auftreten.

3.3.5 Ergebnisse

Bevor die Ergebnisse der numerischen Berechnungen vorgestellt werden, soll an dieser Stelle der Zusammenhang zwischen Trennleistung und Maldistribution in einer geteilten Kolonne mit einem einfachen Gleichgewichtstrennstufenmodell und anhand **Abbildung 3-7** näher erläutert werden. Dabei ist davon auszugehen, dass die Änderung der Konzentrationszusammensetzung innerhalb einer Trennstufe eine nichtlineare Funktion des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses \dot{L}/\dot{V} ist. Für den totalen Rücklauf gilt $\dot{L}/\dot{V} = 1$. Wenn in einer vertikal geteilten Kolonne unten der eingespeiste Dampf und oben die aufgeprägte Rücklaufflüssigkeit jeweils total gemischt sind, dann bedeutet dies, dass beide parallele Teilkolonnen die gleichen Konzentrationszusammensetzungen zugeführt bekommen.

Die **Abbildung 3-9** zeigt die McCabe-Thiele-Diagramme für die linke Teilkolonne mit einem Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis \dot{L}/\dot{V} von 1,2 und rechte Teilkolonne mit einem \dot{L}/\dot{V} von 0,8. Damit ist das mittlere Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis wiederum gleich 1,0. Die Stufen veranschaulichen für jede theoretische Trennstufe den Vorgang der Konzentrationsveränderung in der Flüssigkeit auf der Abszisse und im Dampf entlang der Ordinate.

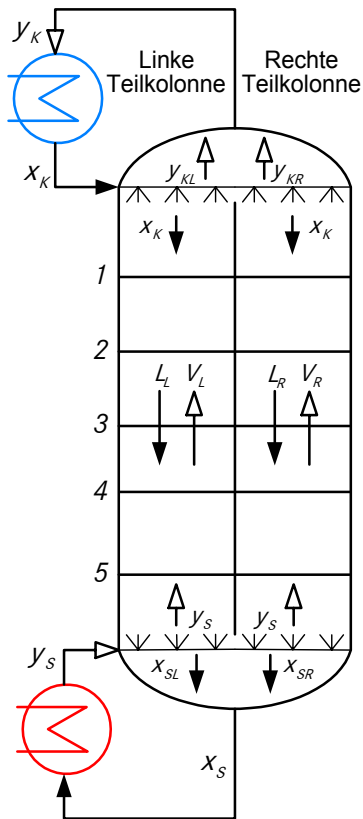


Abbildung 3-7: Zwei-Kolonnen-Modell mit totalem Rücklauf

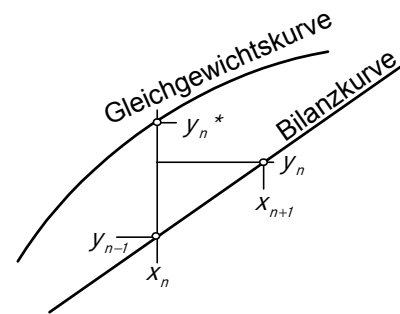


Abbildung 3-8: Veranschaulichung des Wirkungsgrades

Die Bestimmung der erforderlichen Stufenzahl erfolgt unter der Voraussetzung, dass auf jeder Stufe zwischen ablaufender Flüssigkeit und aufsteigendem Dampf das Gleichgewicht eingestellt ist. Aufgrund der endlichen Verweilzeit eines Großteils des Dampfes und der Flüssigkeit auf den Böden und durch die Maldistribution ist die vollständige Einstellung des Gleichgewichts nicht möglich, so dass im betrachteten Beispiel der Wirkungsgrad E_M bei 0,8 liegt (vgl. **Abbildung 3-8** und **Abbildung 3-10 (b)**). Durch Umrechnen der Gleichgewichtszustände mit Hilfe des Wirkungsgrades E_M in Beharrungszustände lässt sich mit der Gl. (3-8) eine Austauschgradlinie (grün gestrichelt), als praktische Verteilungskurve im McCabe-Thiele-Diagrammen darstellen [23].

$$E_M = \frac{y_\lambda - y_{\lambda-1}}{y_\lambda^* - y_{\lambda-1}} \quad (3-8)$$

Erwartungsgemäß ist bei aufgeprägter Maldistribution der Stoffaustausch in beiden Teilkolonnen unterschiedlich. Zur Verdeutlichung der Reduzierung der Trennwirksamkeit sind in **Abbildung 3-10** die resultierenden Konzentrationszusammensetzungen in McCabe-Thiele-Diagrammen gegenübergestellt, rechts der Fall mit Maldistribution, links ohne.

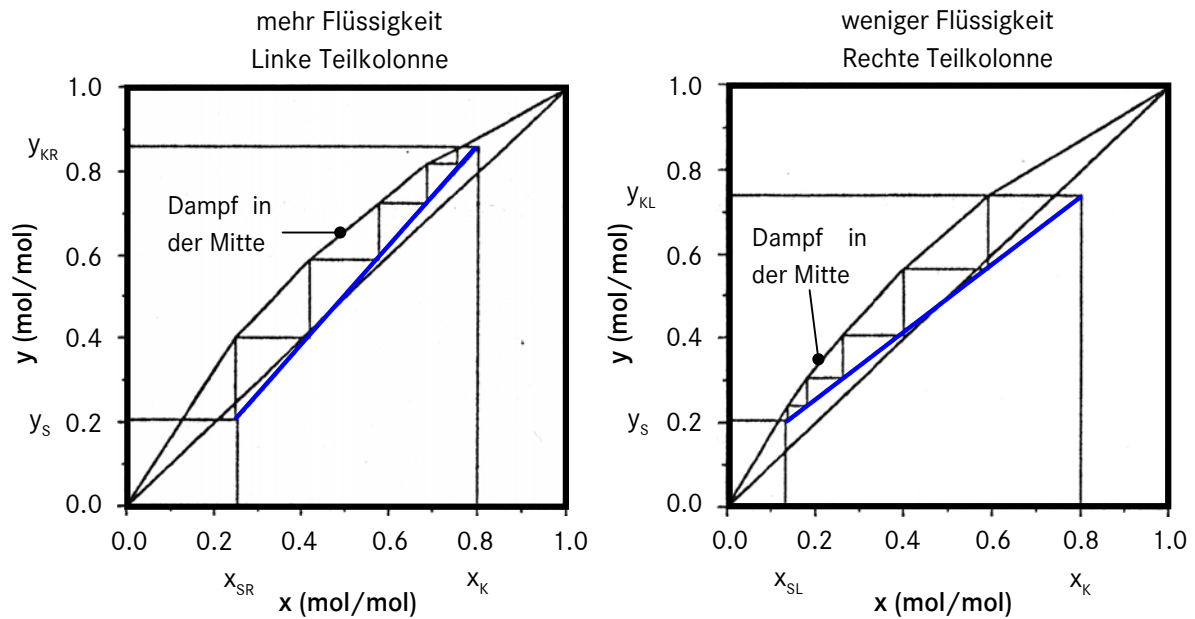


Abbildung 3-9: McCabe-Thiele-Diagramm zur Erläuterung der Maldistribution durch das Zwei-Kolonnen-Modell. Die aus dem Kondensator eintretende Konzentration der Rücklaufflüssigkeit und die Dampfkonzentration ist im Sumpf für beide Teilkolonnen gleich.

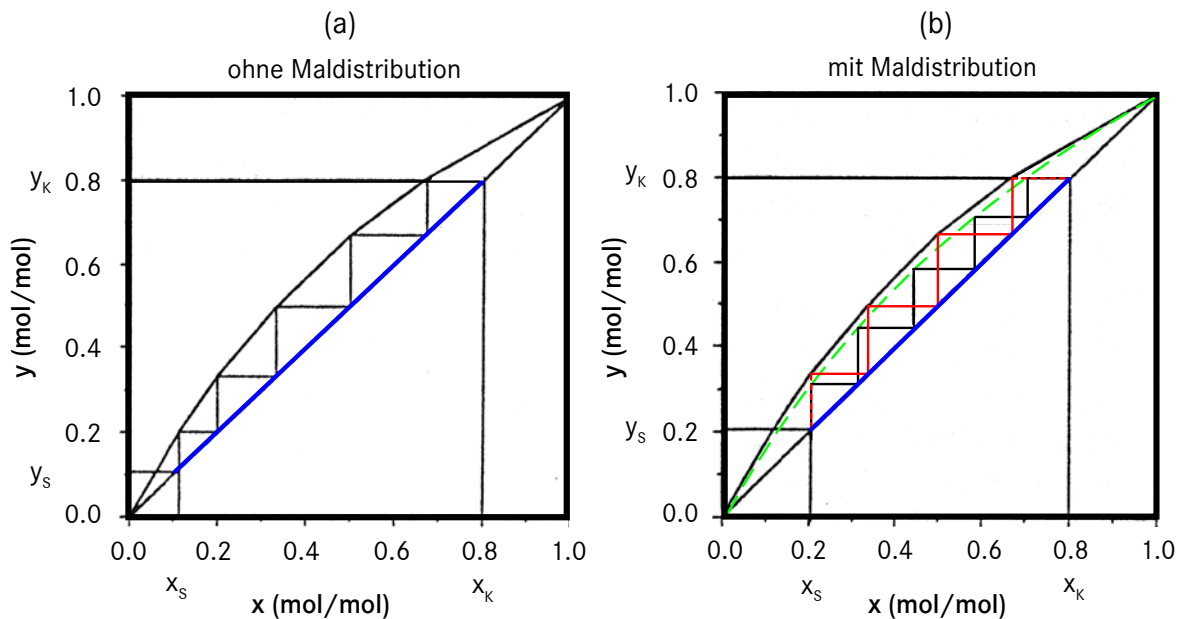


Abbildung 3-10: Konzentrationszusammensetzung der jeweiligen Trennstufe dargestellt in einem McCabe-Thiele-Diagramm
 (a) ohne Maldistribution: 5 Trennstufen
 (b) mit Maldistribution: 4 Trennstufen (resultierend aus den Trennleistungen der rechten und linken Teilkolonne)

Der Vergleich zeigt einerseits, dass in beiden Teilkolonnen die Zahl der theoretischen Stufen gleich 5 ist und andererseits, dass dagegen die Konzentrationsveränderung innerhalb der Kolonne der Trennleistung einer Kolonne ohne Maldistribution mit 4 theoretischen Trenn-

stufen entspricht. Die Ursache der Verschlechterung liegt darin, dass die Trennleistung deutlich nach lässt, wenn die Bilanzkurve in die Nähe der Gleichgewichtskurve gelangt, denn dann kann kein großer Trennfortschritt mehr erzielt werden.

Unter der Annahme, dass wie im Beispiel der Wirkungsgrad E_M auf allen Böden annähernd gleich ist, entspricht die Austauschgradlinie der grafischen Darstellung des Kolonnen-Wirkungsgrades E_O . Die theoretische Trennstufenzahl (NTS^*), die mit Hilfe der Gleichgewichtsdaten ermittelt wurde, kann durch Anwendung eines Kolonnen-Wirkungsgrades E_O in die praktisch erforderliche Trennstufenzahl (NTS_λ) umgerechnet werden [23].

$$E_O = \frac{NTS_\lambda}{NTS^*} \quad (3-9)$$

Bei der Bestimmung der Trennleistung kann die gesamte Kolonne betrachtet werden aber auch einzelne Kolonnenäste bzw. Teilkolonnen (Packungssektionen) separat. Zur Veranschaulichung der Ergebnisse sind in **Abbildung 3-11** und **Abbildung 3-12** die Trennleistungen der Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ in Funktion der aufgeprägten Maldistribution dargestellt. Erkennbar ist, dass die Maldistribution in jedem Fall zur Verschlechterung der Trennleistung führt.

Für den Vergleich der Trennleistung dienen die mit 30 (11+19) theoretischen Böden berechneten Konzentrationen über und unter den Teilkolonnen. Bei Gleichverteilung ($\lambda = 0$) und Ausschluss einer natürlichen Ungleichverteilung ergeben die Gleichungen (2-8) bis (2-12) mit den erzielten Produktkonzentrationen 30 NTS ($= NTS^*$). Das entspricht einem Kolonnen-Wirkungsgrad E_O gleich 1.

Bezogen auf die geordnete Packung MellapakPlus 752.Y (mit ca. 5,39 $NTSM$) ergibt sich für 30 NTS eine äquivalente Packungshöhe von 5,57 m. Durch die Wirkung der Maldistribution stellen sich andere Konzentrationsprofile ein.

Obwohl PRO/II® auf jedem Boden Gleichgewichtsbedingungen simuliert, werden die vorgegebenen scheinbaren NTS -Werte (NTS^*) nicht erreicht. Tatsächlich ergeben die Konzentrationen kleinere NTS -Werte (NTS_λ). Diese entsprechen der Trennleistung einer gleich großen Kolonne mit schlechtem Kolonnen-Wirkungsgrad bzw. einer kleineren Kolonne mit 100-prozentiger Effektivität.

Die Berechnungen zeigen, dass mit zunehmender Maldistribution vor allem die Trennleistung $NTSM$ der oberen Teilkolonnen sinkt, während die $NTSM$ -Werte der unteren Teilkolonnen, die hydraulisch gleichmäßig mit Flüssigkeit beaufschlagt werden, nahezu konstant bleiben. Betrachtet man die gesamte Kolonne, dann vergrößert sich mit zunehmender Maldistribution der Unterschied in der Trennleistung zwischen dem Betriebsregime „Mischen“ und dem Betriebsregime „Ausgleich“ bis auf 9 %. Dies entspricht aber z.B. für $\lambda = 0,1$ gegenüber dem vollständigen Konzentrationsausgleich mehr als einer Verdoppelung des Trennleistungsverlustes durch das Betriebsregime „Ausgleich“.

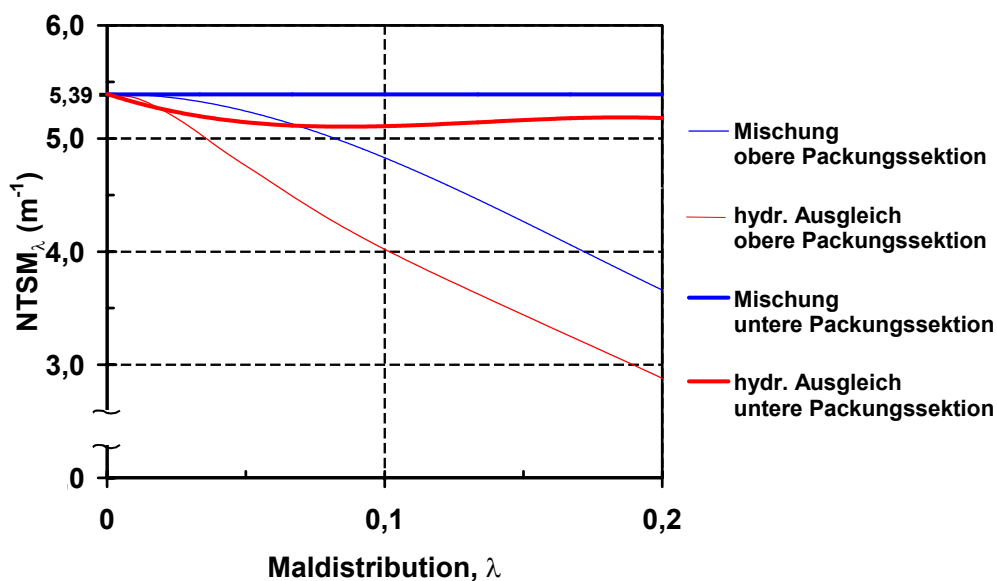


Abbildung 3-11: Vergleich der simulierten Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ hinsichtlich der Trennleistung als Funktion der aufgetragten Maldistribution

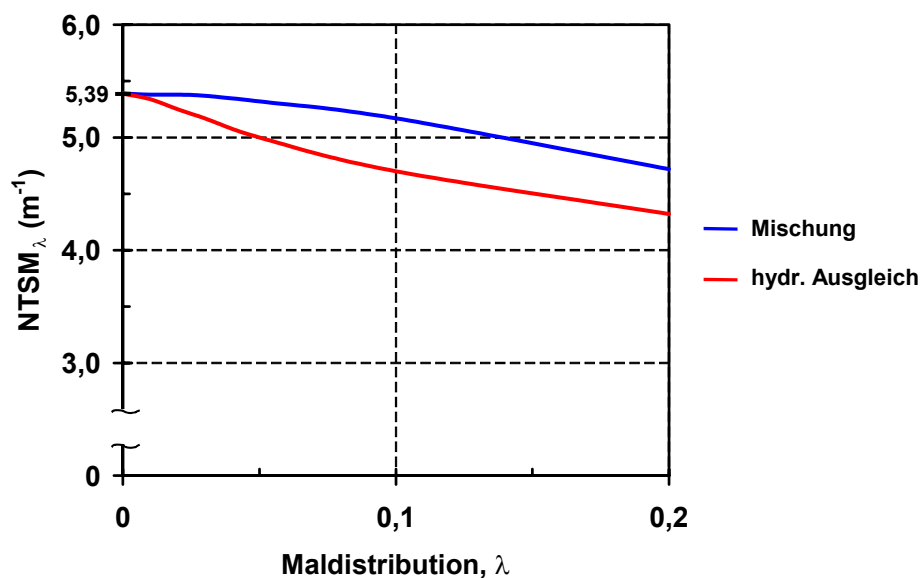


Abbildung 3-12: wie Abbildung 3-11, aber gesamte Kolonne

Bei starker aufgeprägter Maldistribution ($\lambda \cong 0,2$) differieren die Trennleistungen in der oberen Packungssektion um bis zu 0,75 theoretische Trennstufen pro Meter. Da bei dieser Simulation der Anteil der unteren Packungssektion an der gesamten Kolonne überwiegt (ca. 63 %),

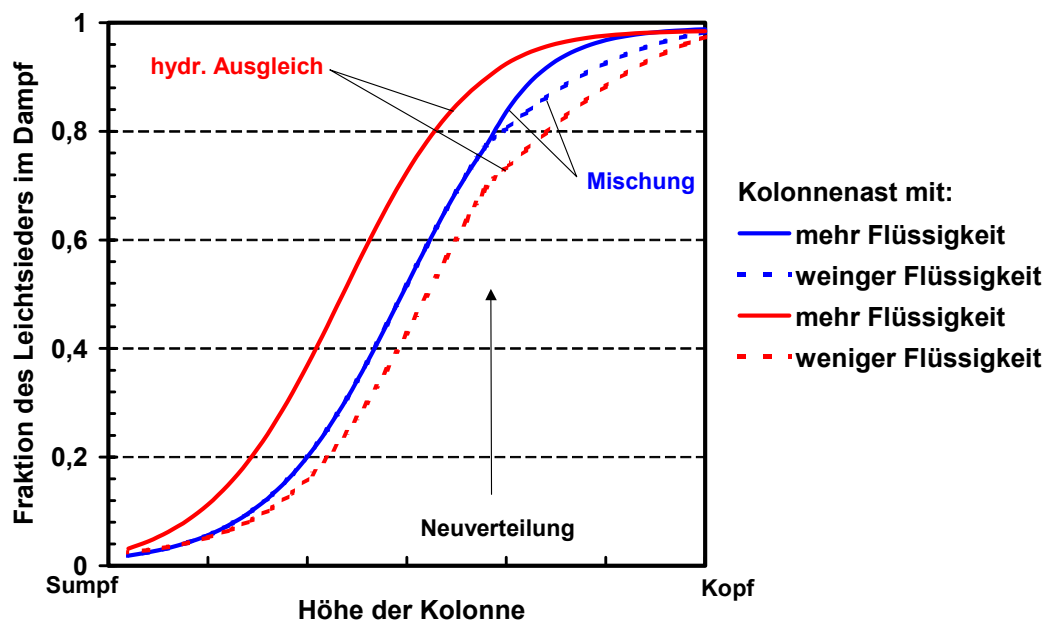


Abbildung 3–13: Konzentrationsprofil für 2-Kolonnen-Modell für $\lambda = 0,1$

beträgt der Trennleistungsunterschied bei Betrachtung der gesamten Kolonne maximal 0,4 theoretische Trennstufen pro Meter.

Die **Abbildung 3–13** zeigt einen Vergleich der Konzentrationsverteilung des Leichtsieders in den Kolonnenästen. Die Konzentrationsprofile verdeutlichen den Einfluss der Flüssigkeit auf die lokale Zusammensetzung des Dampfes.

Ein bemerkenswerter Effekt ist die Wirkung der Vorgänge im Zwischenverteiler *nach oben*. Die Konzentrationsprofile sind Indiz für eine indirekte Wirkung der Flüssigkeit auf den oberen Teil der Kolonnen durch den aufsteigenden Dampf.

Die Simulationsergebnisse des einfachen Zwei-Kolonnen-Modells zeigen, dass der Verzicht auf einen vollständigen Konzentrationsausgleich in der Rücklaufflüssigkeit eine deutlich geringere Trennleistung bewirkt. Damit sprechen die Ergebnisse gegen die Arbeitshypothese, die auf der Annahme beruht, dass das Mischen vor der Neuverteilung vernachlässigt werden kann.

Die Ursache für den Trennleistungsunterschied ist darin begründet, dass in Abhängigkeit von den simulierten Betriebsbedingungen ein vollständiger Konzentrationsausgleich ein radial ausgeglicheneres dampfseitiges Konzentrationsprofil bewirkt.

Modellbeschreibung des modifizierten Zwei-Kolonnen-Modells

Angesichts der Bedeutung des dampfseitigen Konzentrationsprofils stellt sich die Frage, ob die Vernachlässigung von Quervermischung in der Dampf- bzw. Flüssigkeitsphase - eine fundamentale Vereinfachung des Zwei-Kolonnen-Modells - sinnvoll ist.

Um zu überprüfen wie viel dampfseitige Quermischung erforderlich ist, um den vollständigen Konzentrationsausgleich zu kompensieren, wurden Berechnungen mit einem modifizierten Zwei-Kolonnen-Modell durchgeführt.

Das Modell unterscheidet sich vom zuvor beschriebenen dadurch, dass es sowohl Querströme des Dampfes als auch Querströme der Flüssigkeit zulässt. Veranschaulicht wird dies durch eine Reihe von horizontalen Querströmen zwischen den Teilkolonnen beider Kolonnenäste.

Durch die Querströme der Flüssigkeit kann die natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit in der Packung berücksichtigt werden. Damit wird zugleich ein Vorschlag von **RONGE** [33] aufgegriffen, der in seiner Arbeit unterschiedliche Simulationsmodelle für den Stoffaustausch bei der Rektifikation in Packungskolonnen betrachtet und aufgrund eigener experimenteller Untersuchungsergebnisse schlussfolgert, dass die natürliche Ungleichverteilung im Modell erfasst werden sollte.

Die Illustration des Modells in **Abbildung 3–15** symbolisiert mit durchgezogenen blauen Linien Querströme der flüssigen Phase und mit roten gestrichelten Linien horizontale Dampfströme. Die Strömungsrichtung wird durch die Pfeile verdeutlicht. Entsprechend der schematischen Darstellung des Modells gehen die Berechnungen von folgenden Vereinfachungen aus:

- die obere Packungssektion entspricht bei Gleichverteilung 11 theoretische Trennstufen
- 4 horizontale Dampfströme verlaufen vom rechten Kolonnenast zum linken und simulieren eine Quervermischung des Dampfes in der oberen Packungssektion
- 4 horizontale Dampfströme verlaufen vom linken Kolonnenast zum rechten und simulieren eine Quervermischung des Dampfes in der oberen Packungssektion
- 10 Querströme führen Teile der Rücklaufflüssigkeit vom rechten Kolonnenast zum linken und simulieren die natürliche Ungleichverteilung in der oberen Packungssektion

und

- die untere Packungssektion entspricht bei Gleichverteilung 19 theoretische Trennstufen
- 7 horizontale Dampfströme verlaufen vom rechten Kolonnenast zum linken und simulieren eine Quervermischung des Dampfes in der unteren Packungssektion

- 7 horizontale Dampfströme verlaufen vom linken Kolonnenast zum rechten und simulieren eine Quervermischung des Dampfes in der unteren Packungssektion
- 17 Querströme führen Teile der Flüssigphase vom rechten Kolonnenast zum linken und simulieren die natürliche Ungleichverteilung in der unteren Packungssektion

Aufgabe der horizontalen Dampfströme ist es, eine über die Kolonnenhöhe gleichmäßige Quervermischung des Dampfes nachzubilden. Infolgedessen kommt es zu einem stetigen Konzentrationsausgleich über den simulierten Kolonnenquerschnitt. Auf diese Weise werden die negativen Auswirkungen der Ungleichverteilung der Flüssigkeit auf die Trennleistung vermindert.

Die natürliche Ungleichverteilung soll mit Hilfe der horizontalen Flüssigkeitsströme simuliert werden. Dadurch kann eine bei der Flüssigkeitsaufgabe nicht existente Ungleichverteilung neu entstehen, wie dies z.B. in **Abbildung 3–15** gezeigt wird. Andererseits kann auch der extreme Fall untersucht werden, bei dem eine vorhandene aufgeprägte Maldistribution durch die natürliche Ungleichverteilung noch verstärkt wird. Verstärken die Querströme der flüssigen Phase eine aufgeprägte Maldistribution, werden sie in dieser Arbeit als *QL pro-wirkend* bezeichnet. Verhält es sich gerade umgekehrt werden sie als *QL contra-wirkend* charakterisiert.

Um die Größenordnung der natürlichen Ungleichverteilung für die numerische Simulation abzuschätzen, wurden einzelne Fallstudien mit einem firmeninternen Programm (Fa. Sulzer Chemtech) für Maldistributionsuntersuchungen verglichen und außerdem ein Vergleichsfall berechnet, für den es Messwerte gibt. Diese Messwerte stellte Sulzer Chemtech bereit, die aus Versuchen an einer Versuchskolonnen mit der Sulzer Packung Mellapak 350.Y gewonnen wurden. Die Höhe der ungeteilten Packungssektion betrug bei den Versuchen 8,55 m. Geht man von Messungen mit kurzen Kolonnen und aufgeprägter Gleichverteilung aus, so kann für diesen Packungstyp eine Trennstufenzahl von etwa 3,5 je Meter angenommen werden. Damit entspricht eine Betthöhe von 8,55 m theoretisch ca. 30 Trennstufen. Als Testsystem wurde Chlorbenzol und Ethylbenzol eingesetzt. Der Kopfdruck wurde zwischen 50 und 100 mbar variiert.

Eine Übereinstimmung von Messung und Rechnung ergibt sich für eine durch horizontale Querströme der flüssigen Phase bedingte natürliche Ungleichverteilung von $\lambda_N \approx 0,008$ pro m Packungshöhe entsprechend der **Abbildung 3–14**. Es gilt dabei der Zusammenhang:

$$\lambda_N = \frac{\frac{\Delta L}{L_{ges}}}{H_{Packung}} \quad (3-10)$$

Unter der Annahme, dass bei aufgeprägter Maldistribution die horizontalen Querströme der flüssigen Phase stärker sind als bei Gleichverteilung, erfolgen die Rechnungen des Zwei-Kolonnen-Modells entsprechend $\lambda_N \approx 0,012$ pro m Packungshöhe.¹

Hinsichtlich der Quervermischung des Dampfes wird angenommen, dass:

- in der oberen Packungssektion jede Teilkolonne 5 % des eintretenden Dampfes an die angrenzende Teilkolonne abgibt
- in der unteren Packungssektion jede Teilkolonne 8,6 % des eintretenden Dampfes an die angrenzende Teilkolonne abgibt

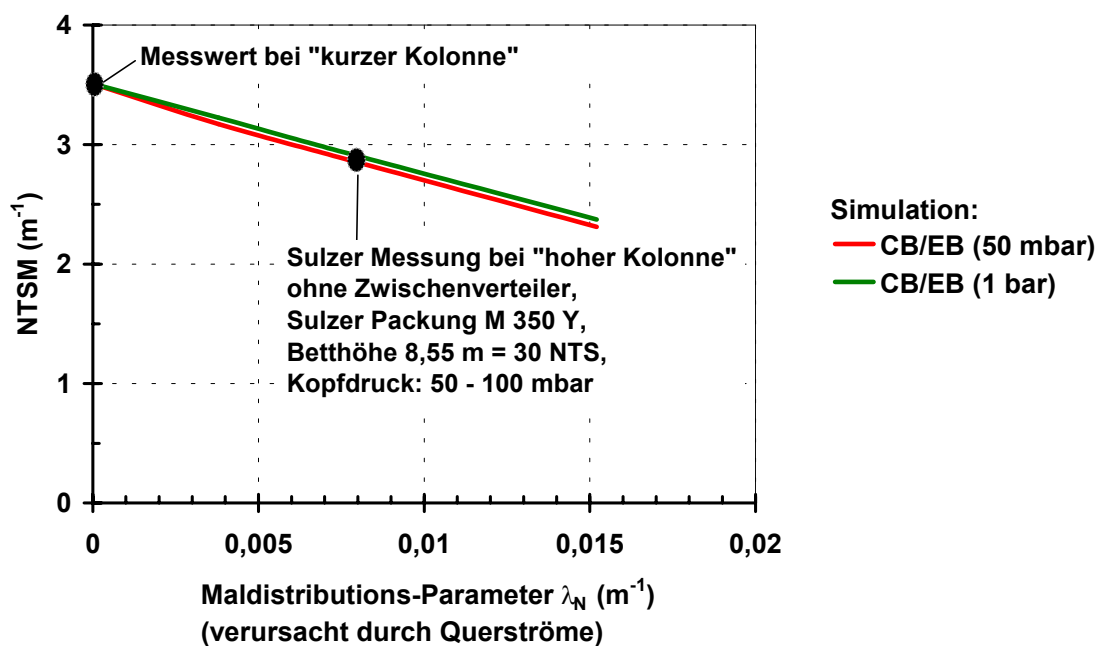


Abbildung 3–14: Vergleich der Ergebnisse für Referenzmessungen

¹ Die im Rahmen dieser Arbeit nachfolgende Deutung der experimentellen Untersuchungen ergeben einen λ_N -Wert von ca. 0,025 pro m Packungshöhe contra-wirkend (vgl. Kapitel 4.2.1.6). Die Simulationsergebnisse in den Abbildungen A-4 bis A-7 berücksichtigen den neuen λ_N -Wert sowohl pro wie contra-wirkend.

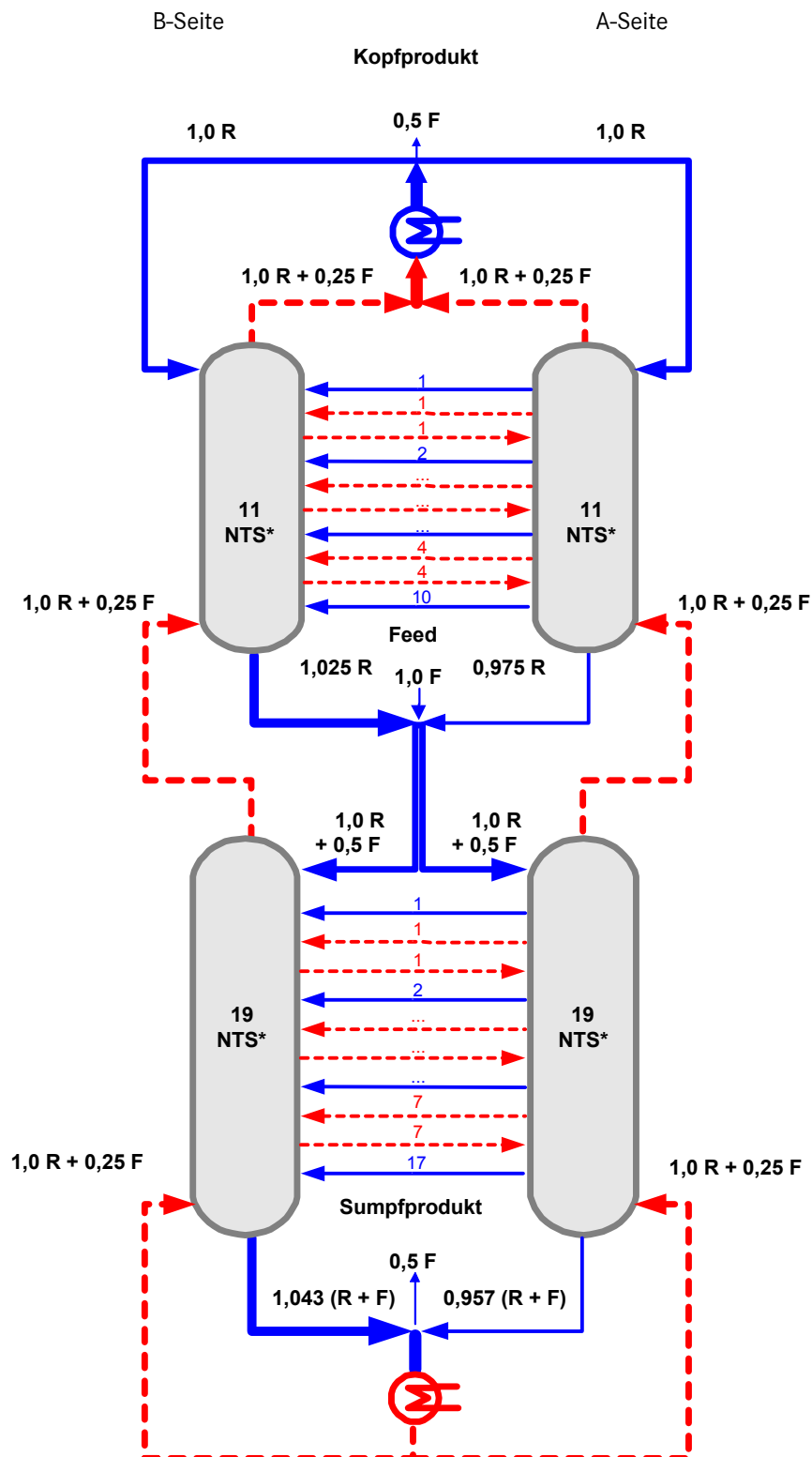


Abbildung 3–15: Modifiziertes Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“ für die Fallstudie A, einer aufgeprägten Gleichverteilung (Maldistributions-Parameter $\lambda = 0,00$) mit Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung $\lambda_N = 0,012$

3.3.6 Ergebnisse

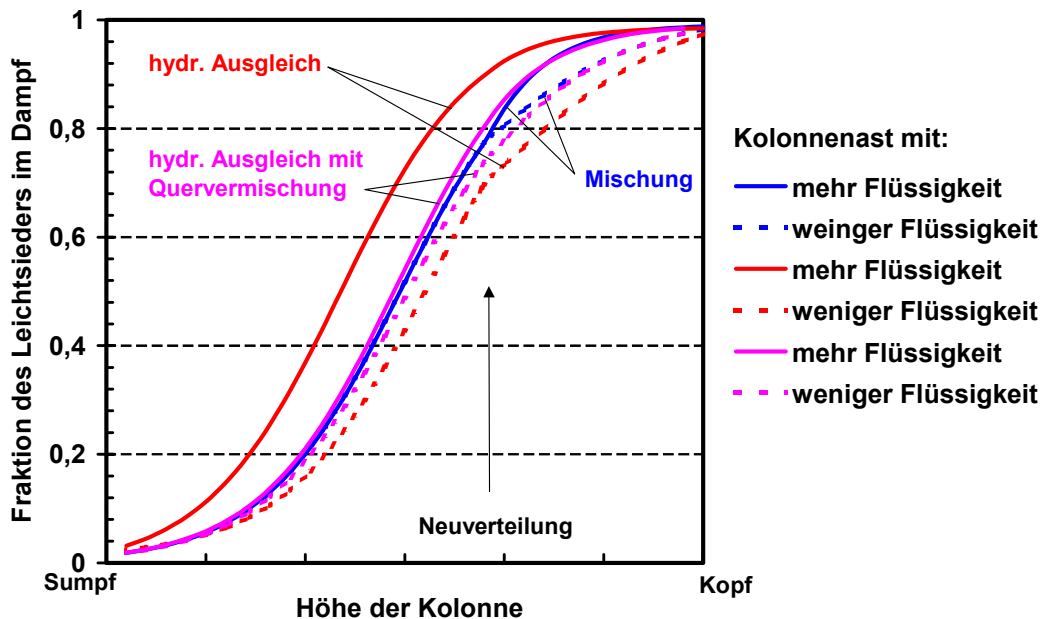


Abbildung 3–16: Konzentrationsprofil für modifiziertes 2-Kolonnen-Modell für $\lambda = 0,1$

Abbildung 3–16 zeigt neben den Ergebnissen von **Abbildung 3–13** neue Konzentrationsprofile (magentafarbene Kurven). Diese beruhen auf eine Rechnung, die eine besonders ausgeprägte dampfseitige Quervermischung berücksichtigt.

In diesem Fall wurde hydraulischer Ausgleich simuliert, wobei jedoch 30 % des aufsteigenden Dampfes wechselseitig querströmt und sich vollständig mit dem Dampf des parallelen Kolonnenastes vermischt. Als Folge gleichen sich die Konzentrationsverläufe in den Kolonnenästen denen an, die sich für das Betriebsregime „Mischung“ ergeben.

Das Ergebnis verdeutlicht die Wirkung der Dampfquervermischung, steht aber im Widerspruch zum Resultat des traditionellen Zwei-Kolonnen-Modells.

Die Ergebnisse in **Abbildung 3–17** und **Abbildung 3–18** sind auf Berechnungen zurückzuführen, die eine geringe Quervermischung des Dampfes und eine Verstärkung der aufgeprägten Maldistribution durch die simulierte natürliche Ungleichverteilung berücksichtigen.

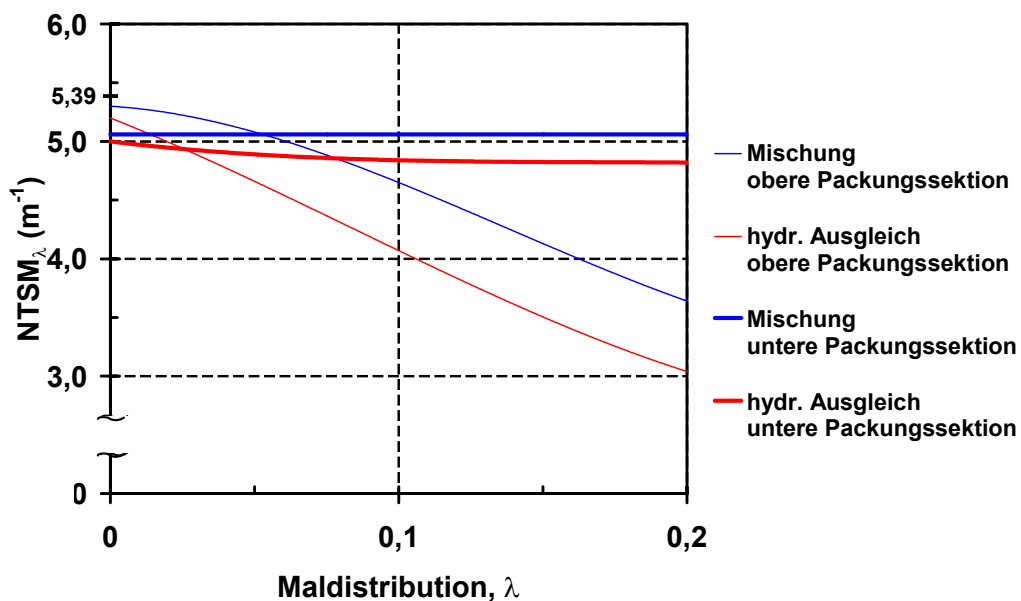


Abbildung 3-17: wie Abbildung 3-11 aber mit Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung $\lambda_N = 0,012$ (pro-wirkend)

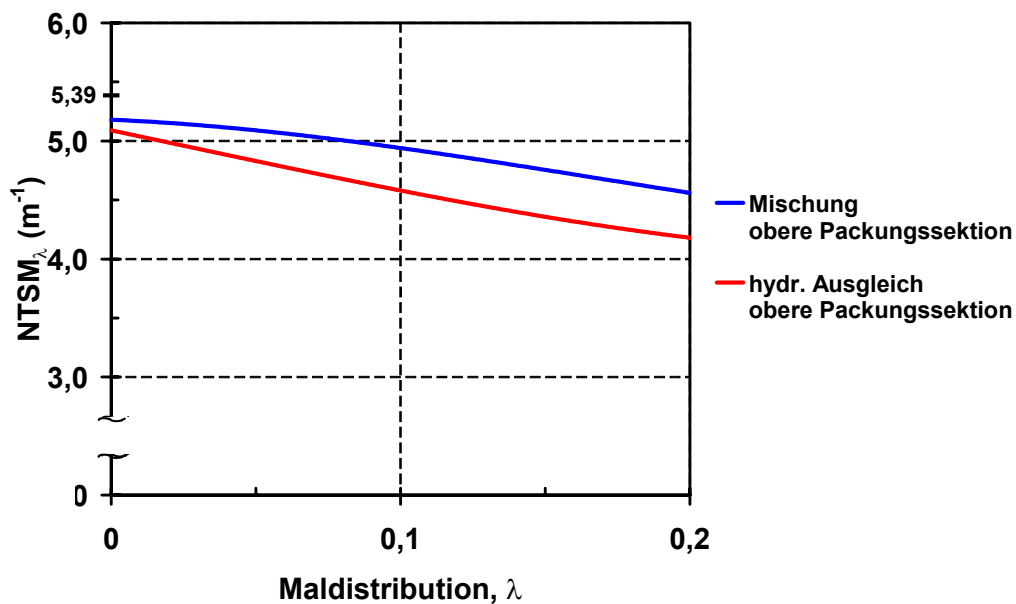


Abbildung 3-18: wie Abbildung 3-17, aber gesamte Kolonne

Abbildung 3-19 und Abbildung 3-20 zeigen Ergebnisse von Berechnungen, bei denen die aufgeprägte Maldistribution durch die simulierte natürliche Ungleichverteilung verringert wird.

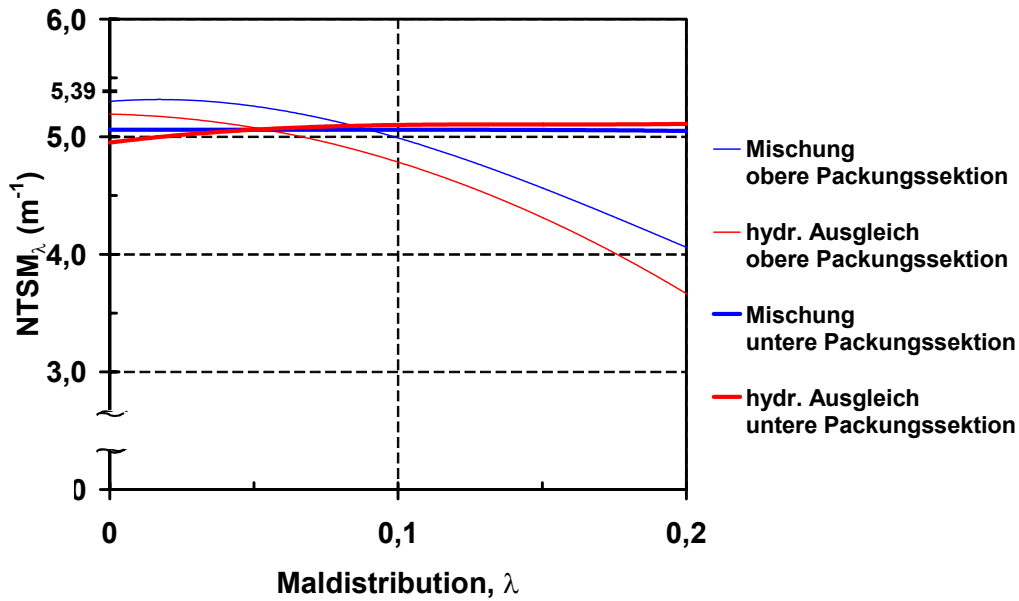


Abbildung 3-19: wie Abbildung 3-17 aber aufgeprägte Maldistribution wird durch natürliche Ungleichverteilung $\lambda_N = 0,012$ (contra-wirkend) vermindert

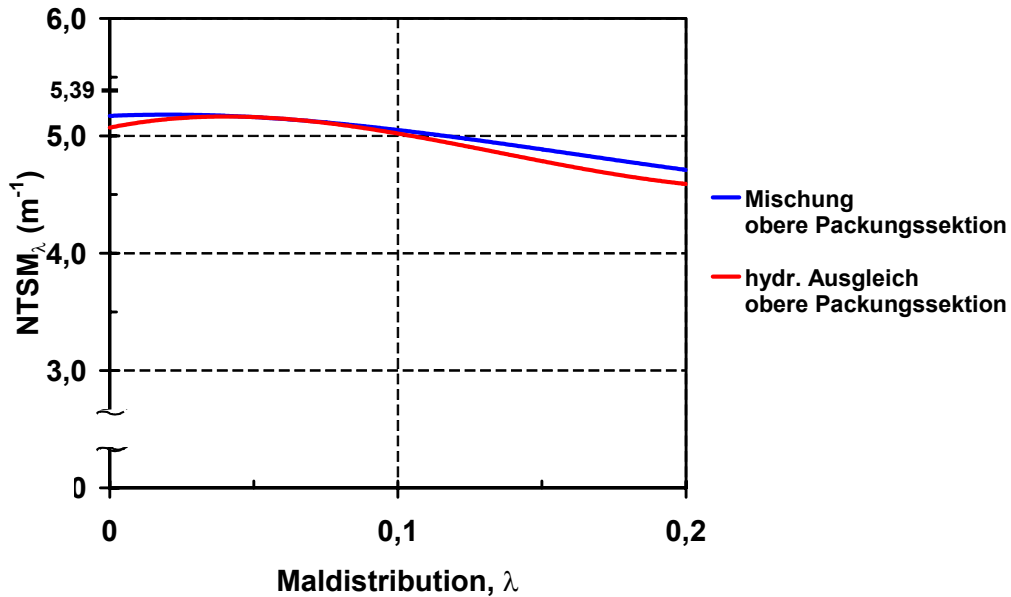


Abbildung 3-20: wie Abbildung 3-19, aber gesamte Kolonne

Die Abbildung 3-19 und Abbildung 3-20 lassen erkennen, dass nunmehr die simulierte natürliche Ungleichverteilung auf die Maldistribution dämpfend wirkt und dadurch die Trennleistungsverluste geringer ausfallen. Besonders deutlich sind die Veränderungen für das Betriebsregime „Ausgleich“. Hinzu kommt, dass sich aufgrund einer teilweisen Kompensation

bei geringfügiger Maldistribution das Maximum der Trennleistung zu größeren λ -Werten ($\lambda \approx 0,04$) verschiebt.

Um eine generelle Vorstellung zu erhalten, wie sich eine Erhöhung der theoretischen Trennstufenzahl auf den Stoffaustausch und insbesondere auf den Unterschied zwischen „Mischung“ und „Ausgleich“ auswirkt, werden zwei unterschiedlich große Kolonnen simuliert. Als Grundlage dient das einfache Zwei-Kolonnen-Modell vergleichbar mit der **Abbildung 3–4** und der **Abbildung 3–5**. Im Unterschied zu diesen Darstellungen hat die „Kleine Kolonne“ bei Gleichverteilung im oberen Kolonnenabschnitt 10 theoretische Trennstufen und 20 im unteren Kolonnenabschnitt. Die sogenannte „Große Kolonne“ hat sowohl 30 theoretische Trennstufen im oberen Kolonnenabschnitt, als auch 30 theoretische Trennstufen im unteren Kolonnenabschnitt. Die Abhängigkeit der Trennleistung der „Kleinen Kolonne“ bzw. „Großen Kolonne“ von der Maldistribution und dem simulierten Betriebsregime „Mischung“ bzw. „Ausgleich“ zeigen **Abbildung 3–21** und **Abbildung 3–22**.

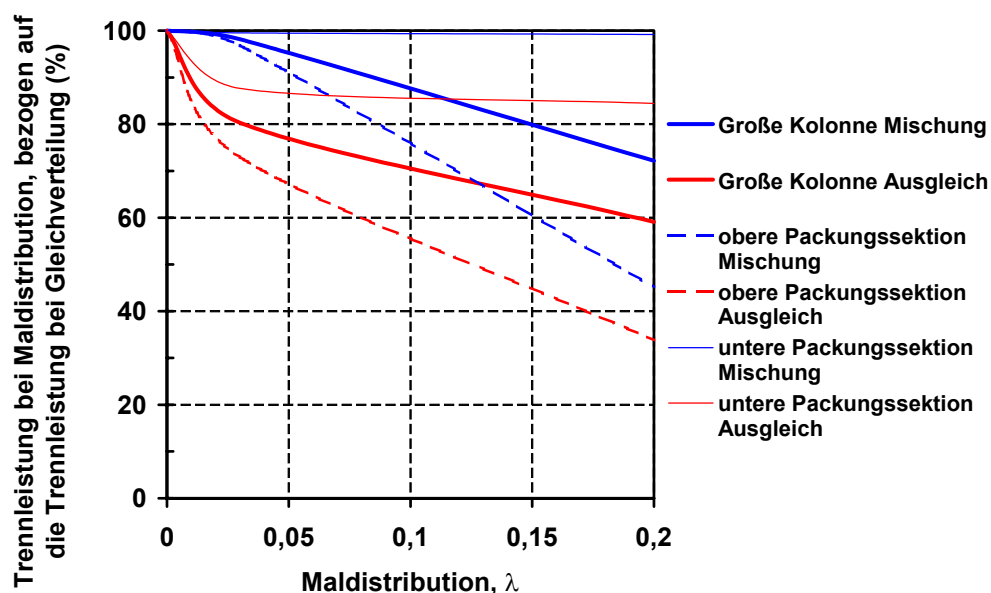


Abbildung 3–21: Vergleich der Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ hinsichtlich der Trennleistung der „Großen Kolonne“ als Funktion der Maldistribution für das einfache Zwei-Kolonnen-Modell

In der **Abbildung 3–23** sind für die „Kleine Kolonne“ und die „Große Kolonne“ die Trennleistungen bei Maldistribution, bezogen auf die Trennleistung bei Gleichverteilung, dargestellt. Den Ergebnissen der Simulation zufolge, nimmt der Unterschied in der erreichbaren Trennleistung zwischen Mischung und hydraulischen Ausgleich mit steigender theoretischer Trennstufenzahl zu. In Bezug auf den Trennleistungsverlust gegenüber dem Stoffaustausch bei Gleichverteilung verhält es sich umgekehrt.

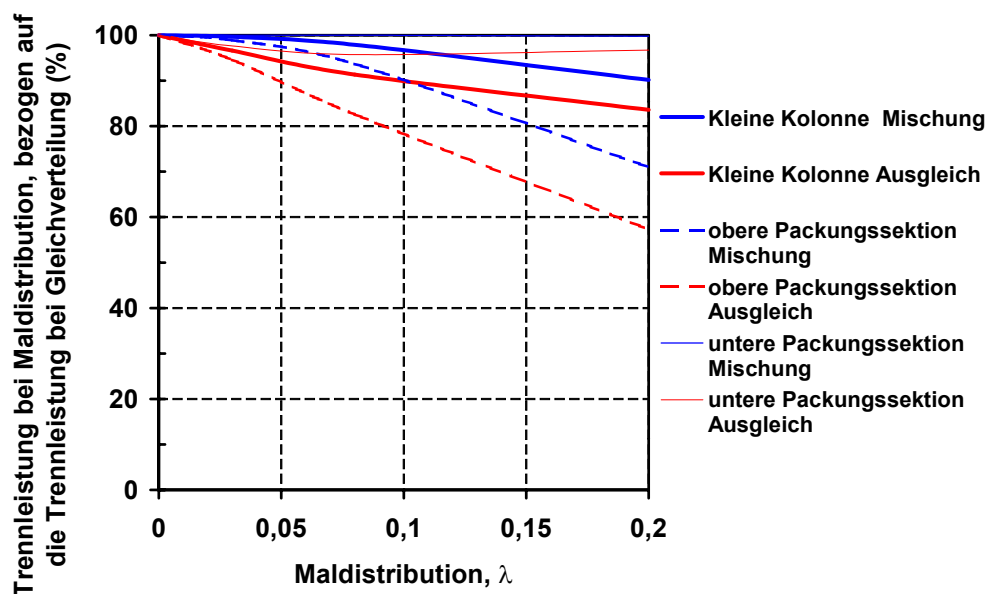


Abbildung 3-22: wie Abbildung 3-21, aber für „Kleine Kolonne“

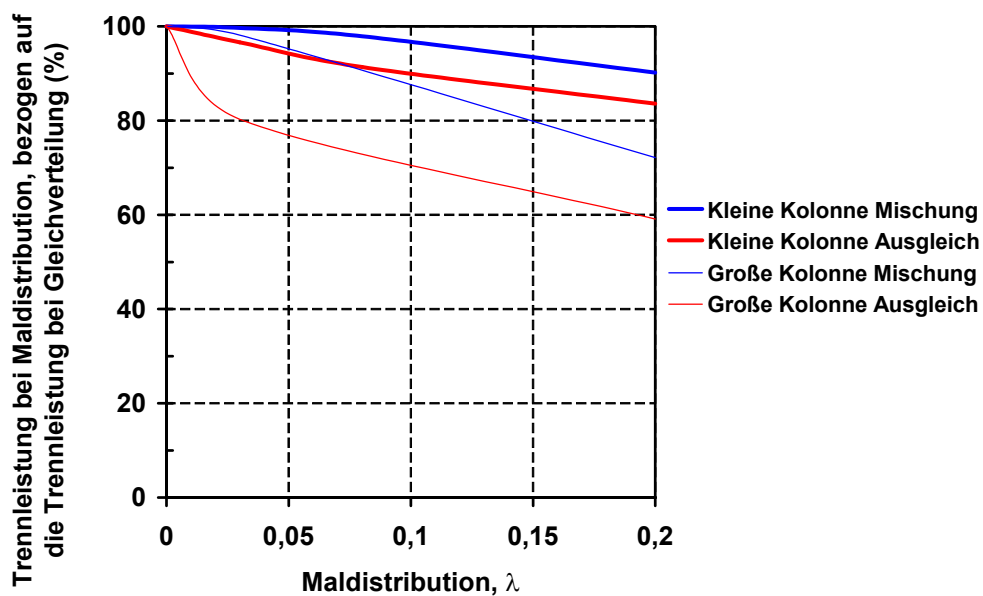


Abbildung 3-23: Abhängigkeit der Trennleistung von der Zahl der theoretischen Trennstufen („Kleine Kolonne“ vs. „Große Kolonne“), dargestellt als Vergleich der Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ hinsichtlich der Trennleistung der Kolonne als Funktion der aufgeprägten Maldistribution für das einfache Zwei-Kolonnen-Modell

3.4 Bewertung der Ergebnisse

Als wesentliches Ergebnis der numerischen Berechnung erhält man das Konzentrationsprofil der Teilkolonnen und die Zusammensetzung der Stoffströme.

- Obwohl die aus den Mischelementen in die Kolonnenäste eintretende Flüssigkeits- bzw. Dampfkonzentration für beide Kolonnenäste gleich ist, führt die Ungleichverteilung der Flüssigkeitsmenge erwartungsgemäß zu einem verschobenen Konzentrationsprofil in der Dampf- und Flüssigkeitsphase.
- Bei Ungleichverteilung können Abschnitte der Bilanzlinie der einzelnen Äste unterhalb der Diagonalen liegen, so dass in diesen Bereichen ein sehr großer Trennfortschritt möglich ist. Der Grund dafür sind große treibende Konzentrationsdifferenzen und das ist ein Anzeichen für große Irreversibilitäten.
- Die Trennleistung fällt signifikant ab, wenn aufgrund einer flachen Arbeitslinie die Bilanzlinie eines einzelnen Kolonnenastes im McCabe-Thiele-Diagramm „in die Nähe“ der Gleichgewichtslinie kommt.
- Die Ergebnisse der Berechnungen zum Betriebsregime „Ausgleich“ zeigen, dass bei hydraulischem Ausgleich ohne vollständigen Konzentrationsausgleich in der Mitte der Kolonne dampfseitig ein sehr großer Konzentrationsunterschied zu erwarten ist. Dadurch vermindert sich die treibende Konzentrationsdifferenz zwischen Dampf- und Flüssigkeitsphase in den oberen Kolonnenästen, insbesondere bei dem überdurchschnittlich mit Flüssigkeit beaufschlagten Kolonnenast. Die unteren Kolonnenäste müssen deswegen über einen größeren Konzentrationsbereich arbeiten. Dadurch fehlen letztlich am unteren Ende der Kolonne Trennstufen, um weiteren Trennfortschritt zu erzielen.
- Ein zwischen beiden Kolonnenästen oberhalb der Neuverteilung entstandener Konzentrationsunterschied in der flüssigen Phase hat eine negative Wirkung auf die Trennleistung der unteren Packungssektion. Dieser Effekt wird durch Mischen abgeschwächt.

Fazit:

Mit dem einfachen Zwei-Kolonnen-Modell lässt sich der gesuchte Effekt qualitativ deutlich machen und man erhält erste quantitative Aussagen.

Man kann schlussfolgern, dass hinsichtlich Trennwirksamkeit das Betriebsregime „Mischung“, durch die Kombination von gezieltem Konzentrationsausgleich und hydraulischen Ausgleich, dem Betriebsregime „Ausgleich“ im Stoffaustausch überlegen ist. Dies gilt besonders bei schwacher Maldistribution ($\lambda \cong 0,05$) und großer Trennstufenzahl, wo der Trennleistungsverlust für das Betriebsregime „Ausgleich“ zum Trennleistungsverlust für das Betriebsregime „Mischung“ relativ groß ($\leq 30\%$) ist.

Die Ergebnisse des modifizierten Zwei-Kolonnen-Modells verdeutlichen insbesondere die Wirkung der Dampfquervermischung. Es zeigt sich ein Widerspruch zu den Resultaten des

traditionellen Zwei-Kolonnen-Modells. Aus den Ergebnissen lässt sich ableiten, dass die berechneten Unterschiede in der Trennleistung kleiner sind als erwartet.

Es ist zu beachten, dass bei der Schlussfolgerung das Potential des Betriebsregimes „Ausgleich“ unberücksichtigt bleibt. Denn zum einen ist eine bessere hydraulische Flüssigkeitsverteilung möglich, zum anderen gewinnt man theoretisch durch die Abnahme der Verteilerhöhe Raum für zusätzliche Packungselemente.

Außerdem stellt sich die Frage, inwieweit die Ergebnisse der numerischen Simulation realistisch sind. Daher sind weitere Simulationen nicht sinnvoll, zunächst muss das Zwei-Kolonnen-Modell experimentell überprüft werden.

4 Experimentelle Untersuchungen zur Neuverteilung der Rücklauf- flüssigkeit

4.1 Motivation

Auch bei dem heutigen Stand der numerischen Prozesssimulation zeigen sich bei verschiedenen Untersuchungen zum Teil erhebliche Abweichungen zwischen Rechenergebnissen und Messwerten bzw. zwischen den Ergebnissen verschiedener Simulationssoftware. Die Hauptursache ist die starke Abstraktion aller Berechnungsverfahren und des Zwei-Kolonnen-Modells im Besonderen. Deshalb sollten die mit Hilfe der Simulation gewonnenen Ergebnisse im Experiment überprüft werden.

Ein Ergebnis der Rechnungen ist die Vermutung, dass eine hydraulisch gleichmäßige Neuverteilung absolut notwendig ist, aber der aufwendige vollständige Konzentrationsausgleich im Zwischenverteiler weniger zur Verbesserung des Stoffaustauschs beiträgt als bislang angenommen. Der beste Nachweis der prognostizierten Bedeutung des Konzentrationsausgleichs ist der experimentelle Vergleich durch Vermessung der beiden Verteilerkonfigurationen an speziellen Versuchsanlagen. Ferner sollen die Versuche die folgenden Fragen beantworten:

- Sind Konzentrationsunterschiede in der Gasphase von 20 % in einer realen Kolonne auf gleicher Höhe möglich ?
- Wie groß ist die natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit moderner Packungen ? Dabei müssen Zwei Effekte unterschieden werden:
 - Querströme der Flüssigkeit ohne Fehlverteilung
 - Echte Fehlverteilung
- Wirkt die natürliche Ungleichverteilung moderner Packungen bei aufgeprägter Maldistribution ausgleichend oder verstärkend ?
- Kann man beim zentralen Zusammenführen der Rücklauf-Flüssigkeit in konventionellen Zwischenverteilern tatsächlich von einem vollständigen Konzentrationsausgleich ausgehen bzw. wie stark wird bei einem realen hydraulischen Flüssigkeitsausgleich gemischt ?

Im Folgenden wird ein Überblick über den allgemeinen Aufbau der zum Einsatz gelangten Versuchsanlagen und die Messtechnik gegeben. Dabei werden insbesondere die Bauformen der verwendeten Flüssigkeitsverteiler beschrieben und die Einrichtungen zur Erzeugung und Vermessung der Ungleichverteilung. Anschließend werden das Versuchsprogramm, die Auswertungsmethodik und wesentliche Messergebnisse vorgestellt.

4.2 Versuchsanlagen

Die Untersuchungen dieser Arbeit wurden an zwei unterschiedlichen Versuchsanlagen durchgeführt. Während eine Versuchsrektifizierkolonne die Bestimmung des Einflusses der Neuverteilung auf die Trennleistung mit einem Testgemisch zulässt, konnten auf einem Verteilerprüfstand vergleichende Untersuchungen zu den Vorgängen im Rücklaufteiler, im oberen Flüssigkeitsverteiler sowie in der Wiederverteilstation durchgeführt werden.

4.2.1 Versuchsrektifizierkolonne

Alle experimentellen Untersuchungen zur Rektifikation wurden an einer Versuchsanlage der Fa. Sulzer Chemtech durchgeführt. Die Anlage (P 1000) befindet sich in einem Technikum in Oberwinterthur/CH und ist in **Abbildung 4–2** auf Seite 82 schematisch dargestellt. Kernstück der Anlage ist die Kolonne mit einer Höhe von ca. 15 m. Für diese Arbeit wurde eine vorhandene Kolonne benutzt, an der jedoch für diese Messungen wesentliche Änderungen durchgeführt wurden. Einzelheiten der Anlage werden in diesem Abschnitt beschrieben. **Abbildung 4–1** zeigt, wie in Anlehnung an das Zwei-Kolonnen-Modell an der Versuchskolonne zwischen *A-Seite* und *B-Seite* unterschieden wurde.

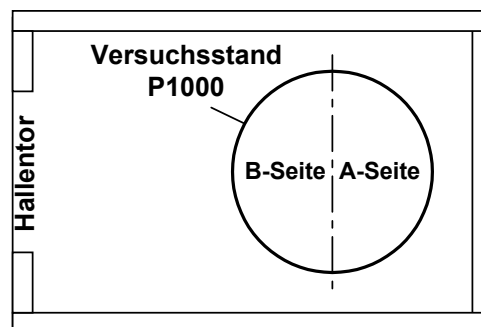


Abbildung 4–1: Anordnung der Kolonne in der Versuchshalle¹

Die Kolonne mit einem Innendurchmesser von 1 m ist über die gesamte Höhe ausreichend wärmeisoliert, so dass bei einem vernachlässigbaren Wärmeverlust die Kolonne näherungsweise adiabatisch betrieben werden kann. Das Testgemisch besteht aus cis-Dekahydronaphthalene (cis-Dekalin) und trans-Dekahydronaphthalene (trans-Dekalin). Die Versuchskolonne wird über einen Fallfilmverdampfer mit Wasserdampf beheizt, die Leistung beträgt je nach Dampfbelastung 150 bis 250 kW, der Sumpfinhalt entspricht vor dem Anfahren der Kolonne etwa 1,5 m³ und im Betrieb 0,5 m³. Der Dampf strömt in der Kolonne im Gegenstrom

¹ Die Kennzeichnung einer „A-Seite“ und „B-Seite“ dient der Zuordnung am Versuchsstand. Unterschiedliche Perspektiven führen in vereinzelter Darstellung zu einem Seitenwechsel (z.B. „A-Seite“ links statt rechts).

zu der mit dem *VEG-Verteiler* am Kolonnenkopf und dem *VKG-Verteiler* oberhalb der unteren Packungssektion aufgegebenen Flüssigkeit. Die Abkürzungen VEG und VKG entsprechen der Nomenklatur der Fa. Sulzer Chemtech und bezeichnen Elementverteiler mit Löchern am Grund bzw. Kanalverteiler mit Löchern am Grund.

Am Kopf der Kolonne sorgt ein Rohrbündelwärmeübertrager mit Hilfe von Kühlwasser für die vollständige Verflüssigung der aufsteigenden Dampfmenge. Ein *Beruhigungsbehälter* fängt das Kondensat auf und leitet es fast blasenfrei zum *Masse-Durchflussmesser MDM 1*. Durch diesen lässt sich kontinuierlich der Massestrom der gesamten Rücklaufflüssigkeit ermitteln. Anschließend gelangt die Rücklaufflüssigkeit zum speziell für diese Versuche konstruierten *Rücklaufverteiler*. Dieser ermöglicht eine Aufteilung des Rücklaufes in zwei gleiche oder ungleiche Flüssigkeitsströme und wird in **Abbildung 4–3** gezeigt. Beide Flüssigkeitsströme werden, wie in **Abbildung 4–4** dargestellt, dem VEG-Verteiler zugeführt, der sie aufgrund seiner Zweiteilung durch ein Trennblech völlig separat auf die obere Packungssektion verteilt.

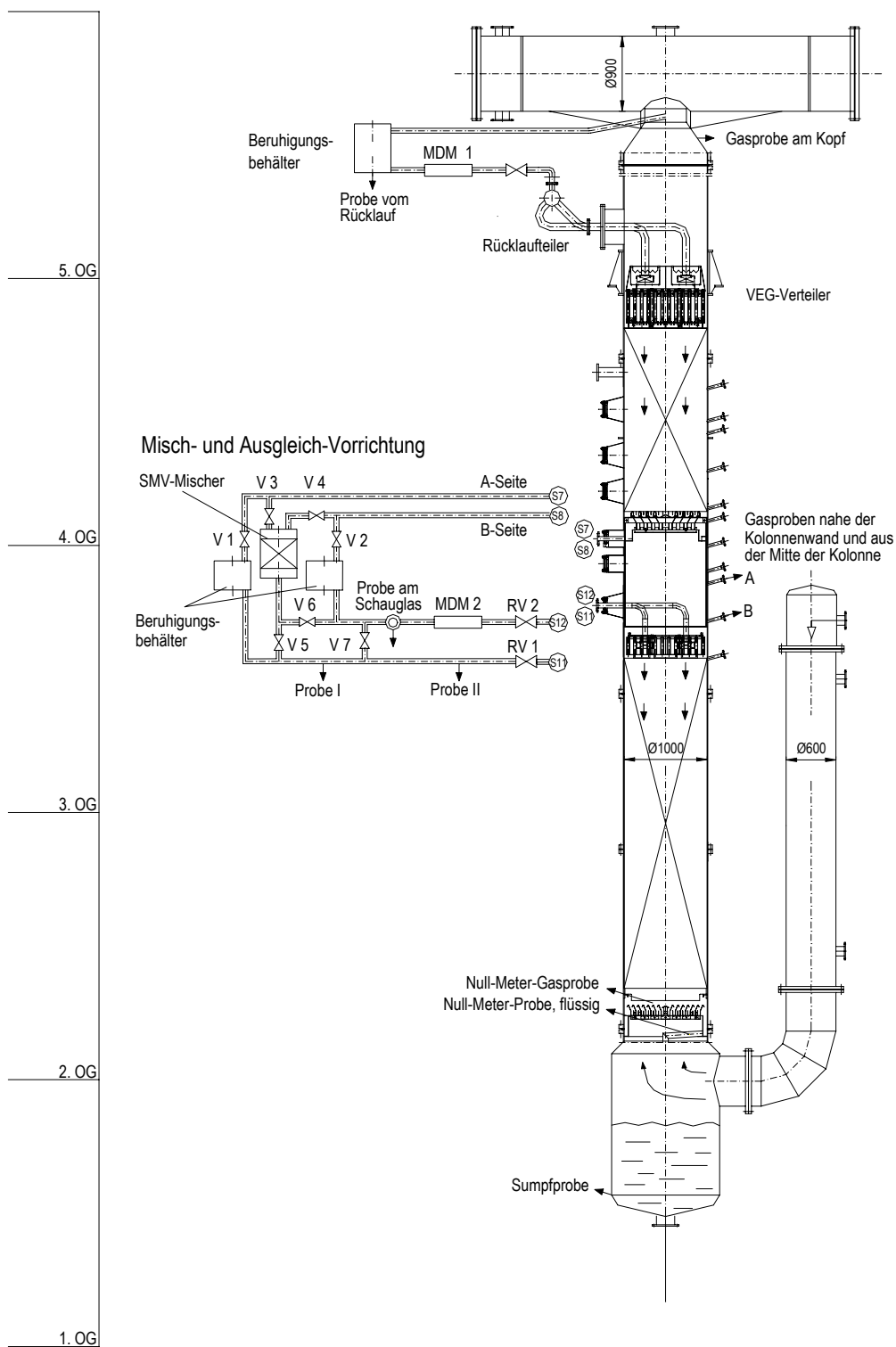


Abbildung 4–2: Schema der Versuchsrektifizieranlage P1000 und deren wichtigste Messstellen

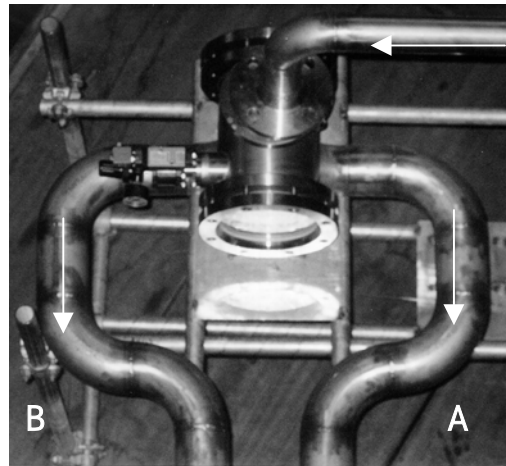
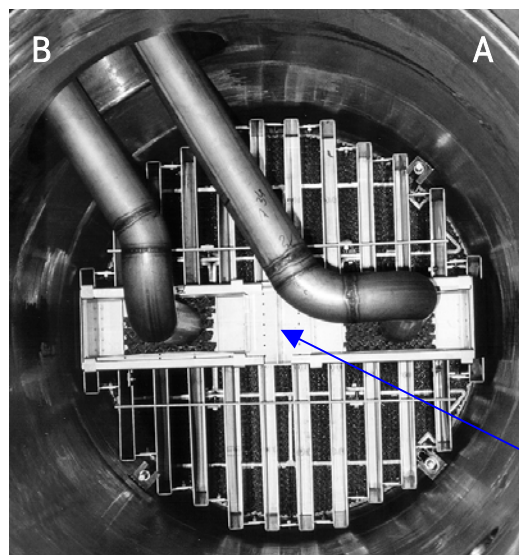


Abbildung 4–3: Rücklaufverteiler (Ansicht von oben)

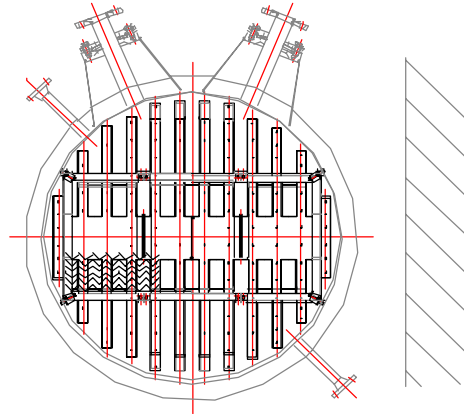
Der eingesetzte Elementverteiler VEG verfügt über 156 Tropfstellen und erreicht damit eine Verteildichte von 200 Tropfstellen je m^2 . Der Elementverteiler setzt sich aus 12 offenen Armkanälen und einem darüberliegenden Hauptkanal zusammen. Aus diesem strömt die Flüssigkeit durch 28 Grundlöcher, deren Durchmesser je nach Lage zwischen 3,2 und 4,6 mm beträgt, in die Armkanäle. Die Ausflusslöcher am Grund der Armkanäle haben einen Durchmesser von 2,4 mm. Damit ist beim Hydrauliktest mit Wasser für die minimale spezifische Flüssigkeitsbelastung von $2,1 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ nach Gl. (2–28) ein Flüssigkeitsniveau von 27 mm notwendig und für die maximale spezifische Flüssigkeitsbelastung von $6,3 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ eine Stauhöhe von 358 mm.



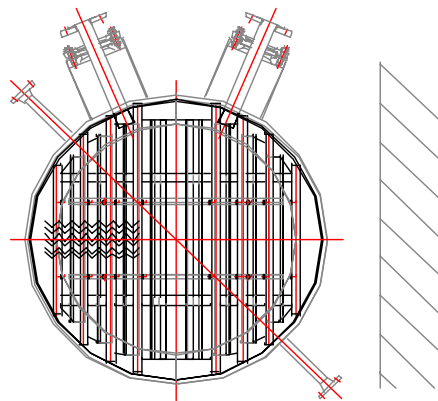
Trennblech im
Hauptkanal

Abbildung 4–4: Zuleitungen vom Rücklaufverteiler zum oberen Verteiler (VEG-Verteiler)

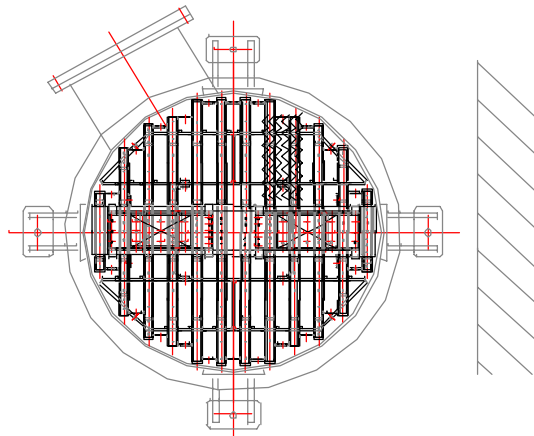
oberer Verteiler
(VEG-Verteiler)



Lamellensammler mit
geteiltem Ringkanal



Zwischenverteiler
(VKG-Verteiler)



B-Seite

A-Seite

Abbildung 4–5: Ausrichtung des oberen Verteilers, des Sammlers und des Zwischenverteilers entsprechen der Kolonnenteilung in A- und B-Seite

Als Testpackung dient die von Sulzer Chemtech entwickelte Packung MellapakPlus 752.Y. Die Lagen bestehen aus ca. 20 cm hohen vorgefertigten Packungselementen, die gegeneinander um 90° verdreht in die Kolonne eingebaut sind. Die obere Packungssektion setzt sich aus 7 einteiligen und 3 segmentierten Lagen zusammen und hat eine Höhe von etwa 2 m.

Nach Durchströmen der oberen Packungssektion wird die Rücklaufflüssigkeit von einem Lamellensammler aufgefangen und in den Ringkanal geleitet. Die bewusste Ausrichtung des oberen Verteilers, des Lamellensammlers und des Zwischenverteilers einerseits und die entsprechende Zweiteilung dieser Einbauten andererseits gewährleistet, dass die Flüssigkeit symmetrisch konform aufgegeben, gesammelt, weitergeleitet und neuverteilt wird. Verdeutlicht wird dieser Aufbau durch die Darstellungen in **Abbildung 4–5** und **Abbildung 4–9**, wobei in letzterer die zwei Trennbleche im Ringkanal erkennbar sind.

Durch die Teilung des Ringkanals ergeben sich zwei Flüssigkeitsströme, die aus der Kolonne heraus in eine *Misch- und Ausgleich-Vorrichtung* geleitet werden (vgl. **Abbildung 4–6**). Diese spezielle Konstruktion besteht im Wesentlichen aus 7 *Absperrventilen*, 2 *Regelventilen* RV mit pneumatischem Stellantrieb, einem zweiten *Masse-Durchflussmesser* MDM 2 und 3 *Beruhigungsbehältern* DN 150, von denen der mittlere gleichzeitig als *Mischbehälter* dient. Die Vorrichtung bietet zwei Alternativen, um die Flüssigkeitsströme hydraulisch auszugleichen:

- mit gezieltem Konzentrationsausgleich (grün-gekennzeichneter Strömungsweg) für das Betriebsregime „Mischung“
- ohne gezielten Konzentrationsausgleich (rot-gekennzeichneter Strömungsweg) für das Betriebsregime „Ausgleich“

Bei der zweiten Alternative wird also auf ein gezieltes Zusammenführen der beiden Flüssigkeitsströme im statischen *SMV-Mischer* verzichtet. Eine genaue Beschreibung der Misch- und Ausgleich-Vorgänge erfolgt in Kapitel 4.2.1.2. Der durch den Masse-Durchflussmesser MDM 2 bestimmte Teilstrom wird mit Hilfe der Regelventile auf die halbe Menge der gleichzeitig am Kolonnenkopf aufgegeben Rücklaufflüssigkeit geregelt.

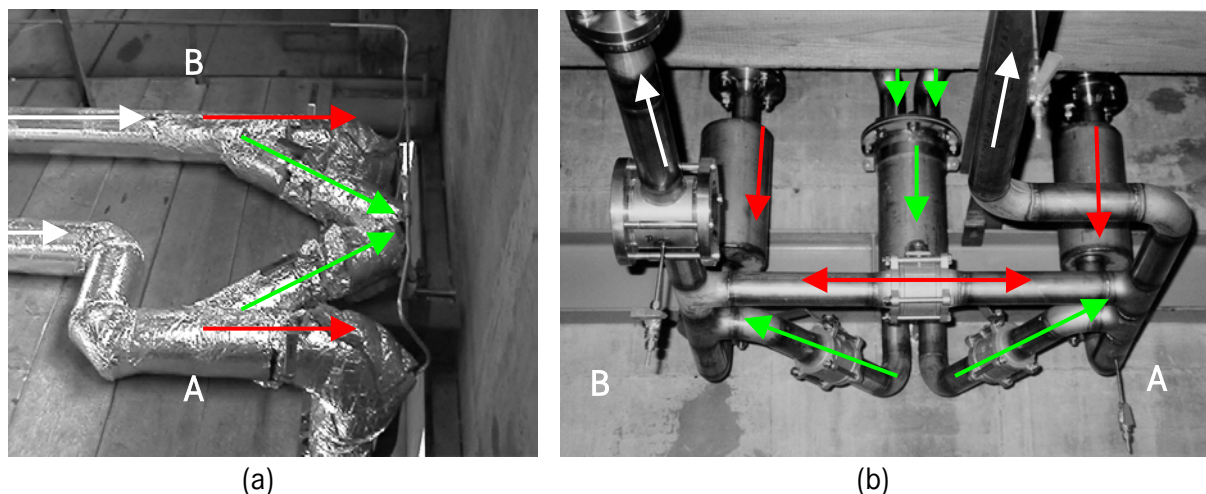


Abbildung 4–6: Teil der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung mit und ohne Wärmeisolation
Ansicht von oben (a) und Ansicht von unten (b)

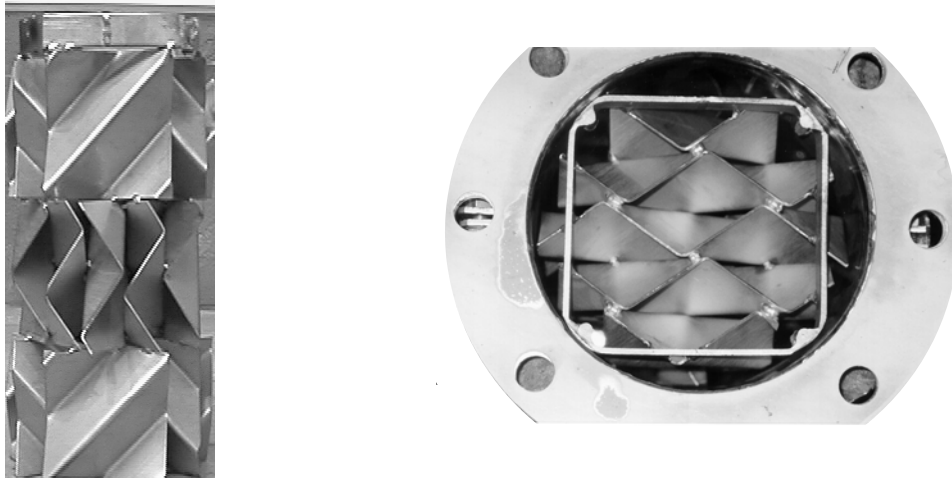


Abbildung 4–7: SMV-Mischer für den gezielten Konzentrationsausgleich, vor und nach dem Einbau in den Mischbehälter

Nach Durchströmen der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung werden die beiden Teilströme in die Kolonne zum VKG-Verteiler geleitet. Dieser Verteiler verfügt in der Mitte seines Hauptkanals über ein perforiertes Trennblech und stellt somit ein zweigeteiltes, hydraulisch kommunizierendes System dar. Für den Fall, dass trotz der Ventilregelung eine kleine Ungleichverteilung bestehen bleibt, ermöglicht das perforierte Trennblech einen begrenzten hydraulischen Ausgleich und verhindert gleichzeitig ein intensives Vermischen.

Die prinzipielle Bauform eines Kanalverteilers ist in **Abbildung 4–8** skizziert. Der eingesetzte Verteiler verfügt über 156 Tropfstellen und erreicht damit eine Verteildichte von 200 m^{-2} . Die Löcher am Grund der Kanäle haben einen Durchmesser von 2,6 mm. Die Testflüssigkeit Wasser erfordert damit für die minimale spezifische Flüssigkeitsbelastung von $2,7 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ eine Stauhöhe von 33 mm und für die maximale spezifische Flüssigkeitsbelastung $5,4 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ein Flüssigkeitsniveau von 192 mm.

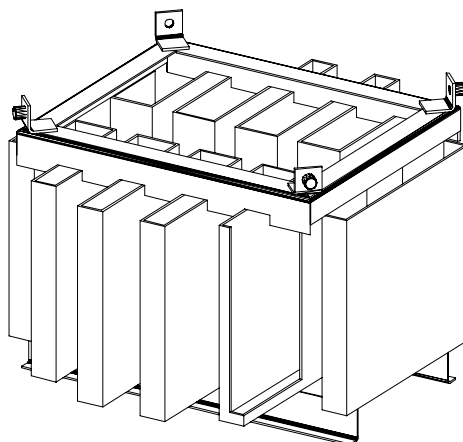


Abbildung 4–8: Prinzipielle Bauform eines Kanalverteilers

Der VKG-Verteiler ermöglicht die Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit auf die untere Packungssektion. Die untere Packungssektion hat eine Höhe von ca. 3,6 m und besteht aus 14 einteiligen und 4 segmentierten Lagen. Die unvermeidliche Segmentierung erzeugt an einigen Stellen im Packungsbett unerwünschte Störstellen, erkennbar in **Abbildung 4–10**. In Kapitel 2.1.1 wurde bereits darauf hingewiesen, dass derartige Anisotropien Ungleichverteilung hervorrufen können.

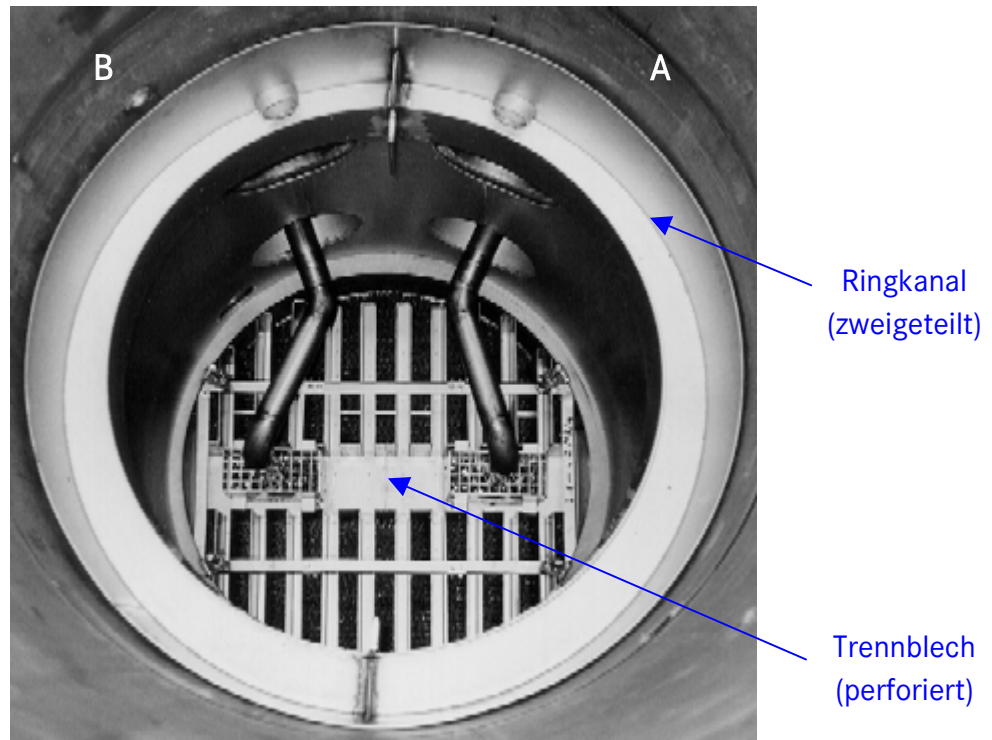


Abbildung 4–9: Ringkanal vom Sammler des Zwischenverteilers (VKG-Verteiler, Ansicht von oben)

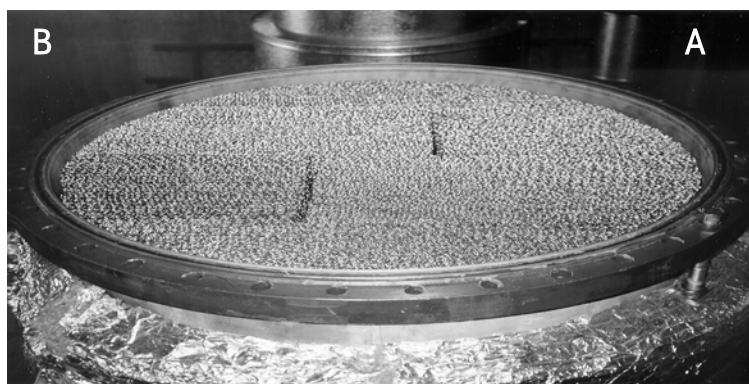


Abbildung 4–10: Segmentierte Lage der geordneten Packung MellapakPlus 752.Y in der Kolonne

4.2.1.1 Messtechnik

Die Versuchsrektifizierkolonne ist mit Einrichtungen zur Messung des Betriebsdruckes, des Druckverlustes, der Massedurchsätze, der Temperaturen sowie der Konzentration ausgerüstet. Zur automatischen Registrierung der wichtigsten Messwerte dient ein Datenerfassungsschreiber. Angaben zu möglichen Messfehlern enthält Kapitel 4.2.1.4.

Die folgenden Abschnitte enthalten Erläuterungen zur:

- *Druckmessung*
- *Mengenstrommessung*
- *Temperaturmessung*
- *Konzentrationsmessung*

Druckmessung

Der Druckverlust des Dampfes in der Kolonne wird zweifach mit einem Druckmesssystem bestehend aus einer Druckmessdose mit Elektronikeinheit und einem U-Rohr-Manometer gemessen. Das zur Differenzdruckmessung installierte U-Rohr-Manometer ist mit Di-Butyl-Phtalat gefüllt. Der Höhenunterschied der beiden Messstellen wird mit ΔH (Δp) bezeichnet. Damit kein Testgemisch in die Messleitungen gelangt, werden die Messrohre mit gasförmigen Stickstoffstrom beaufschlagt. Der dynamische Druckabfall aufgrund der Stickstoffgeschwindigkeit wird als vernachlässigbar angenommen. Wegen des unterschiedlichen Gases ist die statische Druckdifferenz auf der Messseite nicht identisch mit der statischen Druckdifferenz in der Kolonne. In der Berechnung wird dies berücksichtigt.

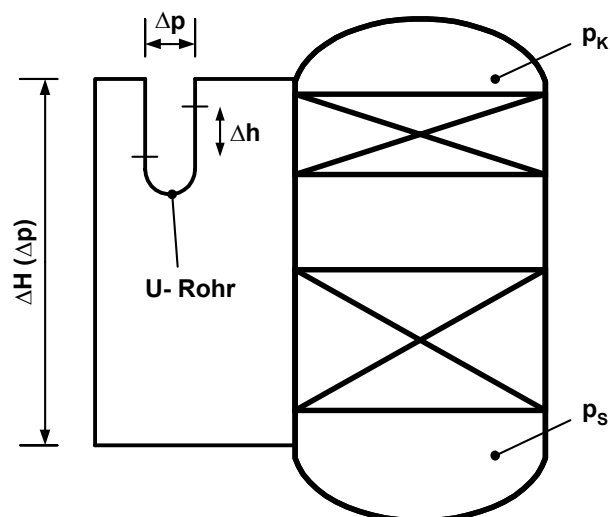


Abbildung 4–11: Druckabfallmessung

Die **Abbildung 4–11** verdeutlicht, dass sich der Sumpfdruck p_S als Summe von Kopfdruck p_K , der gemessenen Druckdifferenz Δp und dem dynamischen Druckabfall auf der Stickstoffseite berechnet. Es gilt also:

$$p_S = p_K + \rho_{N_2} \cdot g \cdot \Delta H(\Delta p) + \Delta p \quad (4-1)$$

Darin ist die Dichte des Stickstoffs nach der idealen Gasgleichung

$$\rho = p \frac{M}{RT} \quad (4-2)$$

bei der Temperatur 20°C und dem Druck $p_K + \Delta p$ zu berechnen. Die Molare Masse M von Stickstoff beträgt 28 kg/kmol.

Der Strömungsdruckverlust in der Packung und durch die Sammel- und Verteilvorrichtungen berechnet sich aus der Differenz von Sumpfdruck und Kopfdruck minus der statischen Druckdifferenz.

$$\Delta p_{\text{Verlust}} = p_S - p_K - \rho_G \cdot g \cdot \Delta H(\Delta p) \quad (4-3)$$

Dabei ist ρ_G die mittlere Gasdichte in der Kolonne. Sie wird durch Mittelung der Gasdichte im Kopf und über dem Sumpf bestimmt. Diese werden mit dem idealen Gasgesetz und der mittleren Molare Masse gemäss

$$M_{\text{Mittel}} = M_1 \cdot x_1 + M_2 \cdot (1 - x_1) \quad (4-4)$$

berechnet. Als Druck wird der berechnete Sumpfdruck, als Temperatur die Sumpfrücklauf-temperatur eingesetzt, weil im Sumpf mit einer Überhitzung zu rechnen ist. Gleichung (4–1) in Gleichung (4–3) eingesetzt ergibt

$$\Delta p_{\text{Verlust}} = \Delta p + (\rho_{N_2} - \rho_G) \cdot g \cdot \Delta H(\Delta p) \quad (4-5)$$

Die gemessene Druckdifferenz Δp berechnet sich aus der abgelesenen Höhendifferenz Δh

$$\Delta p = \rho_{DBP} \cdot g \cdot \Delta h \quad (4-6)$$

Die Dichte von Di-Butyl-Phtalat beträgt ρ_{DBP} (20°C) = 1,047 kg/m³ [52]. Der Druckabfall pro Meter ist demzufolge der Quotient aus Druckabfall und der Gesamthöhe von Packung, Zwischenverteiler und oberer Verteiler.

Mengenstrommessung

Die verschiedenen Flüssigkeitsmengenströme sowie der Gasmengenstrom werden auf unterschiedliche Weise bestimmt. Da mit unendlichem Rücklaufverhältnis gearbeitet wird, wird der ganze Massestrom im Kolonnenkopf kondensiert. Der Massestrom des Rücklaufs entspricht dann der Gasbelastung. Der bereits als Maß für die Gasbelastung vorgestellte *F-Faktor* ist

definiert als die spezifische Gasbelastung dividiert durch die Quadratwurzel aus der Gasdichte.

Der gesamte Rücklauf wird durch ein Geradrohr-Massedurchflusssystem geführt, das nach dem Coriolis-Prinzip arbeitet. Obwohl die Gemischzusammensetzung sich im Laufe der Versuche ändert, ist eine hohe Genauigkeit und beste Wiederholbarkeit der Messung unabhängig vom Strömungsprofil möglich. Durch das gerade Einrohr ist zudem das Risiko gering, dass Gasblasen eingeschlossen werden.

Zur Kontrolle wird zusätzlich die Kühlwasser-Wärmebilanz aufgestellt. In der Kühlwasser-Wärmebilanz wird die Gasbelastung als Quotient der abgeführten Kühlleistung und der Kondensations- bzw. Verdampfungsenthalpie des Gemisches berechnet. Die abgeführte Kühlleistung beträgt:

$$\dot{Q}_{KW} = \dot{V}_{KW} \cdot \rho_{KW} \cdot c_{p,KW} \cdot \Delta T_{KW} \quad , \quad (4-7)$$

wobei ΔT als Differenz aus der Kühlwasser Austritts- und Eintrittstemperatur bestimmt wird. Der Kühlwasservolumenstrom ist gleich dem gemessenen Kühlwasservolumen dividiert durch die gemessene Zeit. Die Dichte des Wassers kann mit Hilfe einer gefitteten Funktion bestimmt werden.

Ein zweiter für kleinere Massedurchflüsse kalibrierter Coriolis-Massedurchflussmesser der gleichen Bauart ermittelte den Flüssigkeitsteilstrom, der in die B-Seite des Zwischenverteilers geleitet wird.

Temperaturmessung

Neben den Temperaturen im Inneren der Packung wurden auch die Temperaturen ein- und austretender Stoffströme mit Widerstandsthermometer PT 100 gemessen und per Messwerterfassungssystem digital angezeigt. Die für die Bilanzierung wichtigen Temperaturen wurden zusätzlich mit Quecksilber-Thermometern gemessen.

Konzentrationsmessung

Zur Bestimmung der Zusammensetzung der Flüssigkeit und des Dampfgemisches wurde ein Schleusensystem verwendet. Dieses System ermöglicht die gezielte Entnahme von flüssigen Proben und kondensierten Dampfproben, ohne den Betriebsdruck der Anlage zu verändern (siehe z.B. die drei Ventilhähne in **Abbildung 4-6 (b)**). Die Analyse der Proben erfolgte anschließend halbautomatisch mit einem Gaschromatograph vom Typ HP 5890 (Fa. Hewlett Packard).

4.2.1.2 Versuchsdurchführung

Maßnahmen zum Anfahren der Kolonne

Die Rektifizieranlage wurde während des Versuchprogramms gewöhnlich 24 Stunden pro Tag betrieben. Frühere Untersuchungen an dieser Anlage zeigten, dass nach Laständerungen bis zum Erreichen eines stationären Betriebspunktes im Allgemeinen 3 bis 4 Stunden, nach Anfahrvorgängen sogar 5 bis 7 Stunden erforderlich sind. Aus diesem Grund konnten täglich nur 2 bis 3 Messungen erfolgen.

Zur Inbetriebnahme der Kolonne wird zunächst das Kühlwasser angestellt und der gewünschte Betriebsdruck erzeugt, anschließend wird am Druckmesssystem der Nullabgleich durchgeführt. Nachfolgend wird durch das Einstellen der erforderlichen Heizleistung der Verdampfer in Betrieb gesetzt. Die Regelung der Kolonne erfolgt über das Prozessleitsystem SIPART (Fa. Siemens). Infolge des großen Sumpfinhaltes ändert sich auch bei Lastwechseln die Sumpfzusammensetzung kaum.

Maßnahmen zum Erzeugen einer gezielten Ungleichverteilung

Um gezielt eine Ungleichverteilung zu erzeugen, wird der in **Abbildung 4–3** gezeigte Rücklaufteiler eingesetzt. Mit Hilfe einer neuartigen Vorrichtung kann der kondensierte Dampf wechselseitig in zwei Flüssigkeitsströme aufgeteilt werden. Wie in **Abbildung 4–12** gezeigt, gelangt die Flüssigkeit dabei von oben in den Rücklaufteiler und wird durch eine klappbare Prallplatte wechselseitig in den rechten oder linken Abfluss geleitet.

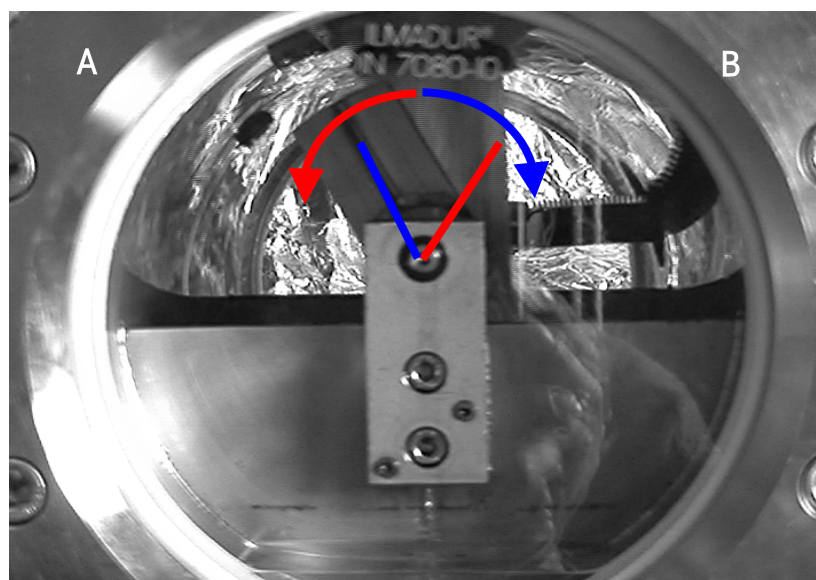


Abbildung 4–12: Detailansicht vom Rücklaufteiler

Die jeweilige Verweilzeit der Prallplatte zum Ablenken der Flüssigkeit zur A-Seite und B-Seite kann über ein separates Steuergerät individuell und sekundengenau festgelegt werden. Das Verhältnis der Verweilzeit bestimmt die Stärke der aufgeprägten Maldistribution. Der Schaltvorgang ist aufgrund eines pneumatischen Stellantriebes sehr kurz.

Während des Anfahrens der Kolonne wurde die Verweilzeit der Prallplatte beidseitig gleich lang eingestellt. Somit war der Rücklaufverteiler auf Gleichverteilung ausgerichtet. Der Gleichverteilung bedurfte es ebenfalls, um zu Beginn einer Messreihe für bestimmte Betriebsparameter, wie z.B. *F-Faktor* und Kopfdruck p_K , einen Referenzpunkt zu ermitteln. Anhand dieses Referenzpunktes konnten die nachfolgenden Messpunkte, welche sich unter dem Einfluss einer aufgeprägten Maldistribution ergaben, verglichen werden.

Maßnahmen zum hydraulischen Ausgleich mit/ohne gezielten Konzentrationsausgleich

Die Funktionsweise der in Kapitel 4.2.1 bereits erwähnten Misch- und Ausgleich-Vorrichtung wird nachfolgend genauer beschrieben.

Abbildung 4–13 skizziert die Vorrichtung und den Durchfluss der Rücklaufflüssigkeit für das Betriebsregime „Mischung“. Dieses Betriebsregime zielt darauf ab, die Auswirkungen der aufgeprägten Maldistribution – ungleichmäßiges Strömungs- und Konzentrationsprofil – auf konventionelle Weise, durch hydraulischen Ausgleich mit bewusstem Konzentrationsausgleich einzuschränken.

Zu diesem Zweck werden die Absperrventile *V1*, *V2* und *V7* geschlossen, dagegen *V3*, *V4*, *V5* und *V6* geöffnet. Die Rücklaufflüssigkeit verlässt den geteilten Ringkanal durch die Stutzen *S7* und *S8* in zwei separaten Strömen, die sich in Bezug auf Durchflussmenge und Gemischzusammensetzung von einander unterscheiden. Die beschriebenen Ventilstellungen erlauben es, dass beide Ströme im mittleren Behälter zusammentreffen und dort durch den *SMV*-Mischer einen gezielten Konzentrationsausgleich erfahren. Danach wurde das Flüssigkeitsgemisch wieder in zwei Ströme aufgeteilt, aber nun mit gleicher Durchflussmenge. Die Rücklaufflüssigkeit fließt durch die Stutzen *S11* und *S12* zurück in die Kolonne zum *VKG*-Verteiler.

Für den angestrebten hydraulischen Ausgleich ist besondere Mess- und Regeltechnik erforderlich. Sie besteht im Wesentlichen aus den Masse-Durchflussmesser *MDM 1* und *MDM 2*, einem *SIPART-Regler* (Fa. Siemens) und den automatischen Regelventilen *RV1* und *RV2*. Der *SIPART-Regler* vergleicht dabei die vom *MDM 2* gemessene Durchflussmenge mit dem totalen Rücklauf am Kopf der Kolonne. Ergibt sich dabei ein Verhältnis, das von 2:1 abweicht, erhalten die Regelventile *RV1* und *RV2* vom Regler ein entsprechendes Stellsignal. Überschüssige Flüssigkeit kann dann zum Ausgleichen durch das Ventil *V7* strömen.

Misch- und Ausgleich-Vorrichtung

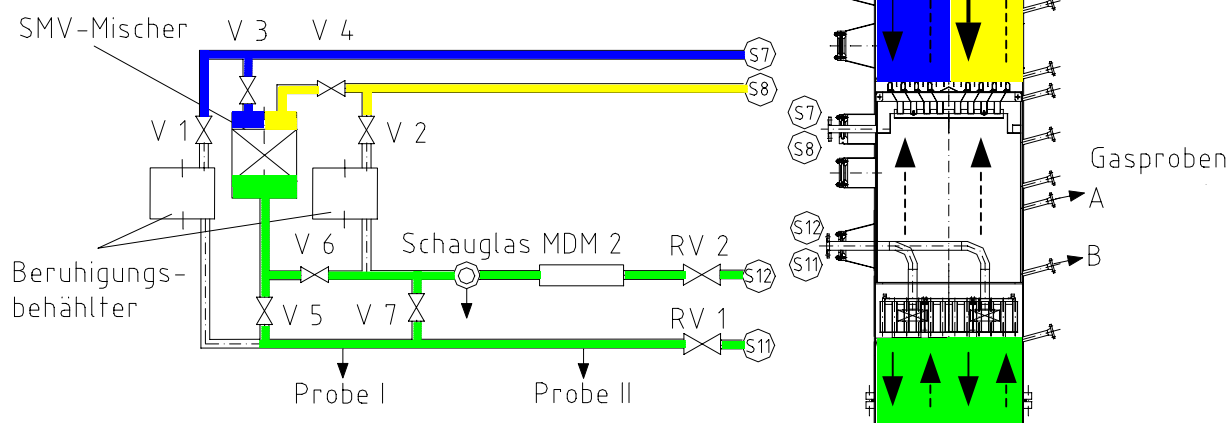


Abbildung 4-13: Schema der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung, Betriebsregime „Mischung“, d.h. hydraulischer Ausgleich *mit* gezieltem Konzentrationsausgleich

Misch- und Ausgleich-Vorrichtung

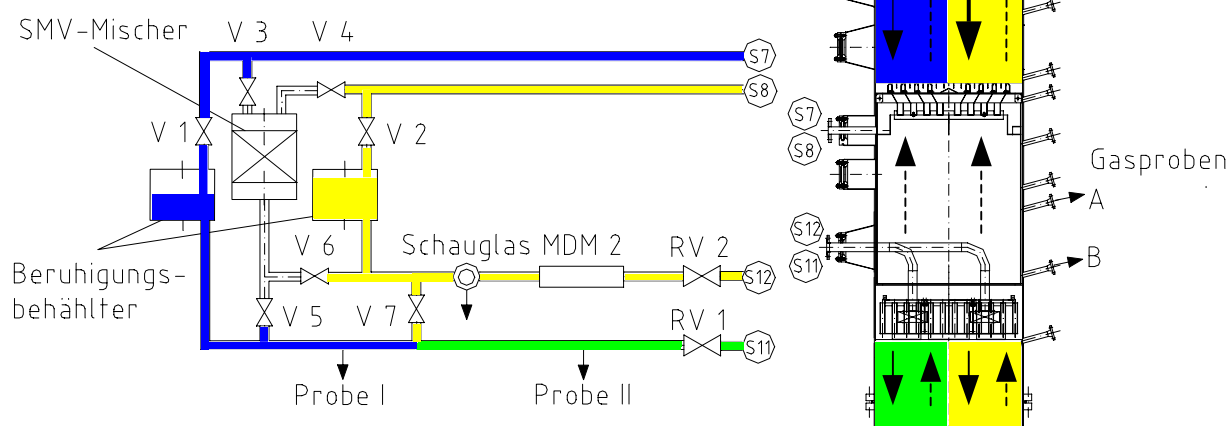


Abbildung 4-14: Schema der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung, Betriebsregime Ausgleich, d.h. hydraulischer Ausgleich *ohne* gezieltem Konzentrationsausgleich

Abbildung 4-14 veranschaulicht das Betriebsregime „Ausgleich“. Im Gegensatz zum zuvor beschriebenen Betriebsregime „Mischung“ findet hierbei nur ein hydraulischer Ausgleich statt, d.h. es wird bewusst ein vollständiger Konzentrationsausgleich vermieden.

Hierfür werden die Absperrventile *V3*, *V4*, *V5* und *V6* geschlossen, dagegen *V1*, *V2* und *V7* geöffnet. Diese Ventilstellungen lassen die zwei ungleichen Ströme der Rücklaufflüssigkeit in separate Beruhigungsbehälter fließen. Ein intensiver Konzentrationsausgleich wird somit verhindert. Der gewünschte hydraulische Ausgleich erfolgt wie zuvor beschrieben.

Es sei hier angemerkt, dass die Auswahl und Konstruktion der Komponenten für diese Vorrichtung unter besonderer Berücksichtigung der geringen verfügbaren statischen Höhe erfolgten.

Nach einigen Stunden, wenn sich die Anlage im stationären Zustand befindet, werden folgende Parameter gemessen und protokolliert:

- Kopfdruck der Kolonne
- Temperatur im Kopf der Kolonne
- Temperatur im Sumpf der Kolonne
- Druckverlust
- Massedurchsatz im Rücklaufteiler
- Kühlwasserdurchsatz
- Ein- und Austrittstemperatur des Kühlwassers

Außerdem werden 6 Gasproben und 6 Flüssigproben entnommen, deren Bezeichnung und Lage in **Abbildung 4–2** auf Seite 82 angegeben sind. Anschließend erfolgt mit einer Gaschromatograph-Analyse die Bestimmung der:

- Konzentrationszusammensetzung des Dampfes bei „Null Meter“ (unmittelbar unter der unteren Packungssektion) und im Bereich des Zwischenverteilers sowie am Kolonnenkopf
- Konzentrationszusammensetzung der Rücklaufflüssigkeit am Kolonnenkopf, im Bereich des Zwischenverteilers unmittelbar vor der Neuverteilung, bei „Null Meter“ (Flüssigkeitssammlerablauf) und im Kolonnensumpf

Die **Abbildung 4–15** zeigt im Detail 2 Sonden-Paare, die zur Entnahme von Gasproben im Bereich zwischen Sammler und VKG-Verteiler installiert werden. Sie bestehen aus je einer langen und kurzen Sonde. Wie zu erkennen ist, entnehmen die zwei langen Sonden Gasproben aus der Kolonnenmitte und die zwei kurzen Sonden Gasproben aus dem Bereich der A-Seite und B-Seite nahe der Kolonnenwand. Zwischen beiden Sonden-Paaren besteht ein Höhenunterschied von ca. 400 mm, der durch die Lage der Stutzen am Kolonnenschuss bedingt ist.

Sowohl vor als auch nach jeder manuellen Messwerterfassung und Probeentnahme, die für 35 Messstellen 30 bis 40 Minuten in Anspruch nimmt, wird das stationäre Betriebsverhalten anhand der mitlaufenden Temperatur- und Differenzdruckschreiber kontrolliert. Auf diese Weise können Störungen im Betriebsverhalten – verursacht z.B. durch nicht beeinflussbare Schwankungen im Heizdampfnetz – erkannt werden.

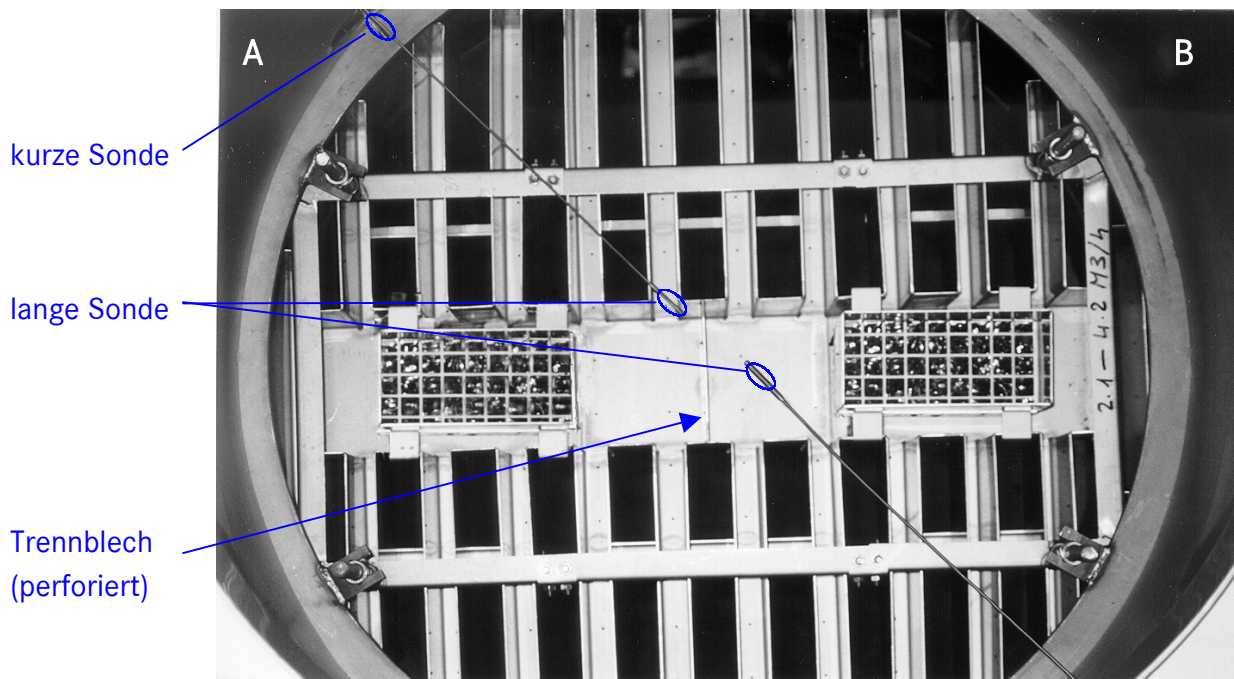


Abbildung 4–15: Zwischenverteiler (VKG-Verteiler) mit Trennblech, Einlaufberuhiger und Sonden für die Entnahme von Gasproben (Ansicht von oben)

4.2.1.3 Methodik der Auswertung

Die Methodik der Auswertung wird nachfolgend exemplarisch an einem Beispiel erklärt. Betrachtet wird der Fall:

- Betriebsregime „Ausgleich“
- starke aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,2798$), B-Seite erhält mehr Flüssigkeit
- $F\text{-Faktor} = 2,0$
- Kopfdruck $p_K = 50 \text{ mbar}$

Um die Trennleistung der gesamten Kolonne zu bestimmen, werden zwei Gemischproben benötigt. Im stationären Zustand der Kolonne wird eine Probe (x_K) von der Rücklaufflüssigkeit am Kopf der Kolonne per Vakuum „gezogen“, eine weitere flüssige Probe (x_{0m}) an der Messstelle „Null-Meter“. Beide Proben werden mit einem Gaschromatograph untersucht. Die Analyse ergibt einen Anteil des Leichtsieders von 0,97121 für x_K und 0,01243 für x_{0m} . Nach dem Berechnungsansatz laut Gl. (2–8) bis (2–12) ist

$$q = \frac{\frac{x_K}{1-x_K}}{\frac{x_{0m}}{1-x_{0m}}} = 2680,21 \quad (4-8)$$

und
$$NTS = \frac{\ln(q)}{\ln(\alpha)} = \frac{\ln(2680,21)}{\ln(1,3623)} = 25,53 \quad (4-9)$$

Da die obere Packungssektion aus 10 Lagen besteht und die untere aus 18, beträgt bei einer Lagenhöhe von 19,9 mm die totale Packungshöhe 5,57 m. Daraus folgt

$$NTSM = \frac{NTS}{H_{Test}} = \frac{25,53}{5,57 \text{ m}} = 4,58 \text{ m}^{-1} \quad (4-10)$$

Die Trennleistung der einzelnen Kolonnenäste können nur annähernd bestimmt werden. Das liegt einerseits daran, dass in der oberen Packungssektion eine Berücksichtigung der Masseverteilung schwer fällt, da sich die aufgeprägte Flüssigkeitsverteilung über die Höhe verändert. Andererseits, unterhalb der unteren Packungssektion aufgrund des ungeteilten Flüssigkeitssammlers, konstruktionsbedingt nur eine resultierende Konzentrationszusammensetzung erfasst werden kann.

Zur Berechnung der Trennleistung der unteren Packungssektion, werden 3 Proben (Probe II $x_{II, A-Seite}$, Probe am Schauglas $x_{Sg, B-Seite}$ und wiederum Probe x_{Om}) analysiert. Aus den Konzentrationszusammensetzungen der beiden gleichgroßen Zulaufströme $x_{II, A-Seite}$ und $x_{Sg, B-Seite}$ lässt sich eine gemittelte Konzentrationszusammensetzung oberhalb der unteren Packungssektion $x_{R, oben}$ bilden. Diese wird in Gl. (4-8) anstelle von x_K eingesetzt, die weitere Berechnung erfolgt analog.

Die Trennleistung der einzelnen oberen Kolonnenäste wird nicht über die unterschiedlichen $x_{K, A-Seite}$ und $x_{K, B-Seite}$ ermittelt, sondern wie oben mit der gemeinsamen „Kopfreinheit“ x_K .

Im nächsten Kapitel werden neben der Trennleistung der gesamten Kolonne auch Ergebnisse zum Stoffaustausch der oberen und unteren Packungssektion sowie zu den einzelnen parallelen Kolonnenästen vorgestellt.

4.2.1.4 Fehlerbetrachtung

Jedes Messergebnis ist immer mit gewissen Fehlern behaftet, die in systematische und zufällige Fehler unterschieden werden. Die systematischen Fehler sind prinzipieller Natur und lassen sich mit Korrekturen ausschalten, so dass ihr Einfluss auf die Genauigkeit des Resultats wegfällt. Die zufälligen Fehler werden von messtechnisch nicht erfassbaren und nicht beeinflussbaren Änderungen der Messgeräte, des Messgegenstandes, der Umwelt und der Beobachter hervorgerufen. Bei wiederholter Messung unter gleichen Messbedingungen „streuen“ die Messwerte.

Aus **Abbildung 4-16** wird ersichtlich, dass die Messungen zweifellos mit systematischen Fehlern behaftet waren. Das Bild zeigt, wie der Flüssigkeitsstrahl von oben in den Rücklaufteiler eintritt und von der Prallplatte nur unvollständig zur B-Seite umgelenkt wird.

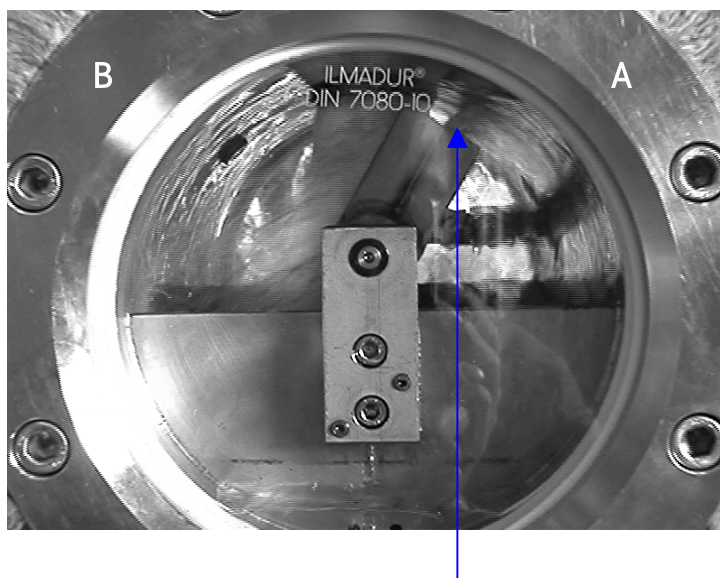


Abbildung 4-16: Rücklaufteiler mit fehlerhafter Flüssigkeitsverteilung (Schwall nach rechts)

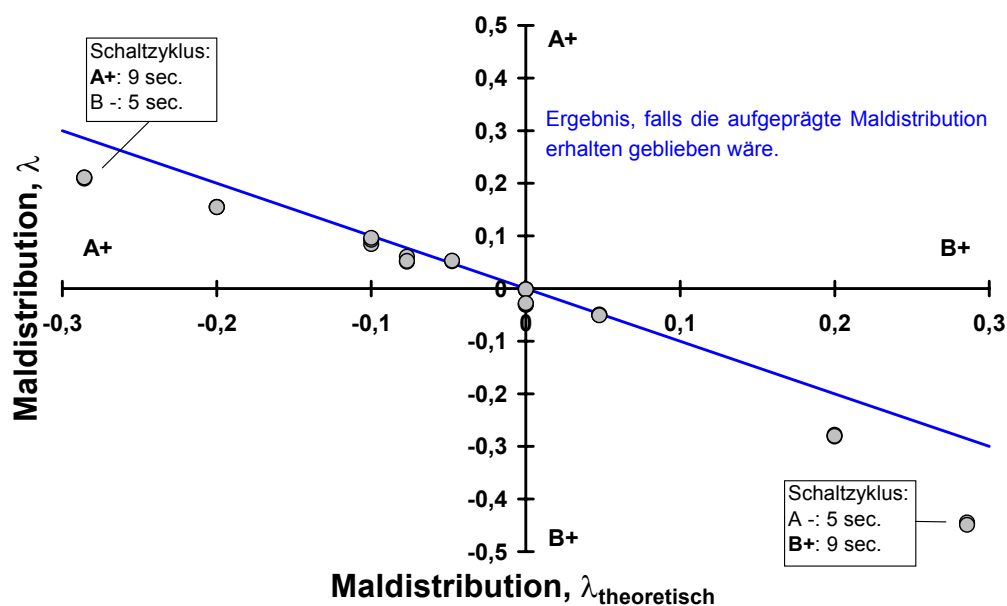


Abbildung 4-17: Abweichung der real aufgeprägten Maldistribution λ von der theoretisch per Schaltzyklus am Rücklaufteiler eingestellten Maldistribution $\lambda_{\text{theoretisch}}$

Diese fehlerhafte Flüssigkeitsverteilung trat zwar nur einseitig in Erscheinung, aber die nach rechts oben zur A-Seite hinüberspritzende Flüssigkeit verfälschte das zuvor elektronisch eingestellte Verhältnis der Flüssigkeitsaufteilung. Die Ursache dafür war ein asymmetrischer Zulauf der Flüssigkeit. Die Flüssigkeit durchfloss unmittelbar vor dem Rücklaufteiler einen

90°-Krümmer, wodurch sich ein asymmetrisches Strömungsprofil ausbildete. Infolgedessen entstanden an der Prallplatte sehr ungünstige Anströmverhältnisse. Im Gegensatz dazu war der Rücklaufterler zuvor bei einem prinzipiellen Funktionstest auf einem Verteilerprüfstand aus einem senkrechten Rohr ohne Krümmung mit Wasser gespeist worden. Um die Auswirkungen der Fehlerquelle bestimmen zu können, wurde die Verteilqualität des Rücklaufterlers auf einem Verteilerprüfstand mit der vollständigen Verrohrung erneut untersucht.

Die in **Abbildung 4–17** dargestellten Messergebnisse verdeutlichen die starke Abweichung der real aufgetragten Maldistribution λ von der theoretisch per Schaltzyklus am Rücklaufterler eingestellten Maldistribution $\lambda_{theoretisch}$. Bei der Auswertung der Messwerte zur Trennleistung wird in dieser Arbeit stets die real aufgetragte Maldistribution λ verwendet.

Die Messung der Molanteile ist ebenfalls mit Fehlern behaftet. Bei der Gaschromatographie fallen z.B. die Ungenauigkeiten bei der grafischen Auswertung ins Gewicht, bei der sehr kleine Ablesefehler das Ergebnis schon um mehrere Prozent verändern. Außerdem konnte keine absolute Einhaltung der äußeren Bedingungen garantiert werden, was zufällige Fehler beim Messen hervorruft. Dazu zählen vor allem die Strömungsgeschwindigkeit des Heliums und die Temperatur, deren Schwankungen Detektorfehler verursachen [34].

Zur Bestimmung der Messunsicherheit wurde verschiedene Referenzproben eingewogen und analysiert. In der **Abbildung 4–18** ist zu erkennen, dass besonders der Nachweis von kleinen Molanteilen mit großen relativen Fehlern behaftet ist.

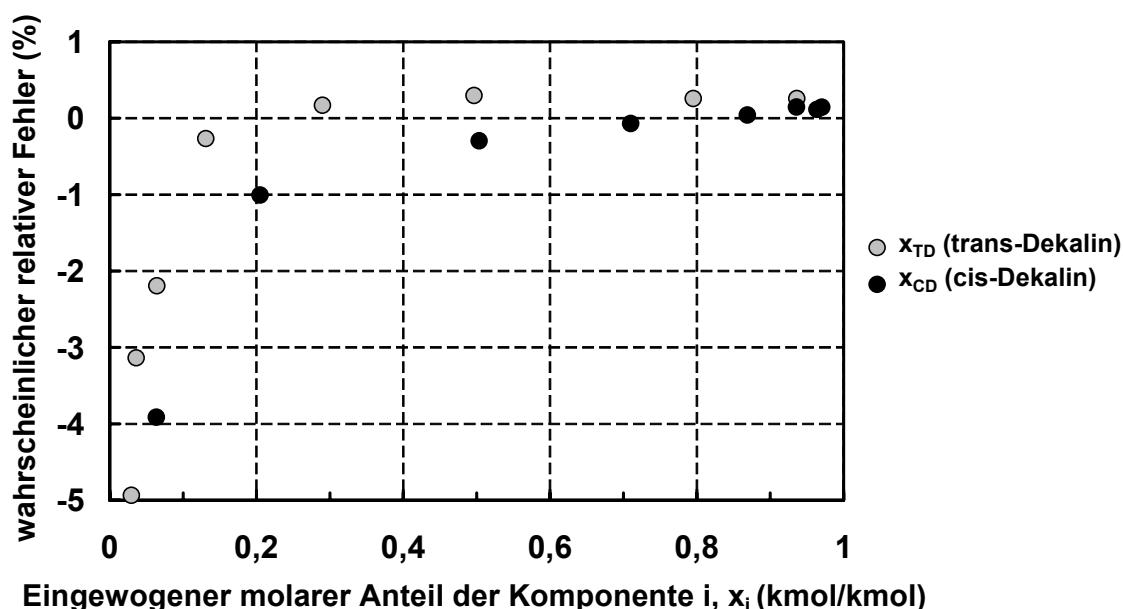


Abbildung 4–18: Messunsicherheit bei der Konzentrationsbestimmung mit dem halbautomatischen Gaschromatograph HP 5890

Die Tabellen 4-1 und 4-2 zeigen eine Zusammenstellung der verwendeten Messeinrichtungen mit Angaben zu den jeweiligen Fehlergrenzen. Diese Fehlergrenzen sind vom Hersteller garantierte zulässige Abweichungen vom Sollwert und können zur Abschätzung der Messunsicherheit herangezogen werden.

Tabelle 4-1: Daten der Messeinrichtungen der Versuchsrektifizierkolonne

Messgröße	Messprinzip/-gerät	Messbereich	Genauigkeit
Massedurchfluss Flüssigkeit	Coriolis-Prinzip/ Masse-Durchflussmesser (MDM) mit individuellem geraden Messrohr	0...4000 kg/h 0...2000 kg/h	$< \pm 0,15 \%$ vom Messwert abs. $< \pm 0,04 \%$ vom Messwert repr.
Umgebungsdruck	Quecksilberbarometer, Teilung: 2 mbar	470...1200 mbar	1 mbar
Kopfdruck	kapazitiv/elektronische Messdose; analog/U-Rohr-Manometer mit Di-Butyl-Phtalat, Teilung 2 mbar	0...1000 mbar ...2000 mbar	$< \pm 0,075 \%$ vom Messwert abs. 1 mbar
Druckdifferenz	kapazitiv/elektronische Messdose; analog/U-Rohr-Manometer mit Di-Butyl-Phtalat, Teilung 1 mm	0...100 mbar ...2000 mbar	$< \pm 0,075 \%$ vom Messwert abs. ± 5 mm ablesbar (schwankend)
Temperaturen	Widerstandsthermometer/PT 100 Quecksilberthermometer	-200...850°C 0...150°C	0,1°C abs. 0,2°C abs.
Masse der Referenzprobe	elektronisch/Analysewaage Mettler AE 200	0...205 g	0,1 mg

Tabelle 4-2: Daten der Messeinrichtungen des Verteilerprüfstandes

Messgröße	Messprinzip/-gerät	Messbereich	Genauigkeit
Volumenstrom Flüssigkeit	magnetisch-induktive Messung	0...1,5 m ³ /h 0...3,0 m ³ /h	0,001 m ³ /h 0,010 m ³ /h
Füllzeit	elektronische Zeitmessung im PC elektronische Handstopuhr		1/100 sec 1/10 sec
Temperaturen	Widerstandsthermometer/PT 100 Quecksilberthermometer	-200...850°C 0...150°C	0,1°C abs. 0,1°C abs.

4.2.1.5 Messergebnisse

Die Darstellung der Trennleistung erfolgt in Abhängigkeit von der am Kolonnenkopf aufgeprägten Maldistribution λ . Die **Abbildung 4–19** zeigt typische Messergebnisse für die Trennleistung der Kolonne bei unterschiedlicher Maldistribution. Mit Zunahme der am Kolonnenkopf aufgeprägten Maldistribution nimmt die Trennleistung der Kolonne deutlich ab, mit steigender Dampfbelastung dagegen zu. Die Versuche bestätigen, dass mit dem Betriebsregime „Mischung“ vergleichsweise höhere Trennleistungen erzielt werden, als mit dem Betriebsregime „Ausgleich“, dabei differieren die $NTSM_\lambda$ -Werte ihrem Betrag nach nur gering.

Der Vergleich von **Abbildung 4–21** mit **4–22** verdeutlicht, dass die Trennleistung der oberen Packungssektion erheblich schlechter ist als die der unteren. Die Ursache hierfür liegt darin, dass die obere Packungssektion hydraulisch ungleichmäßig mit Flüssigkeit beaufschlagt wird, die untere dagegen hydraulisch gleichmäßig. Bei dieser genaueren Betrachtung wird erkennbar, dass sich die am Kolonnenkopf aufgeprägte Maldistribution nur über ein verschobenes Konzentrationsprofil auf die untere Packungssektion auswirkt und dabei nur eine leichte Abnahme der Trennleistung verursacht.

Die **Abbildung 4–22** zeigt, dass mit einem vollständigen Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung nur geringfügig bessere Trennleistungen in der unteren Packungssektion erreicht werden, als mit einem hydraulischen Ausgleich ohne gezielten Konzentrationsausgleich.

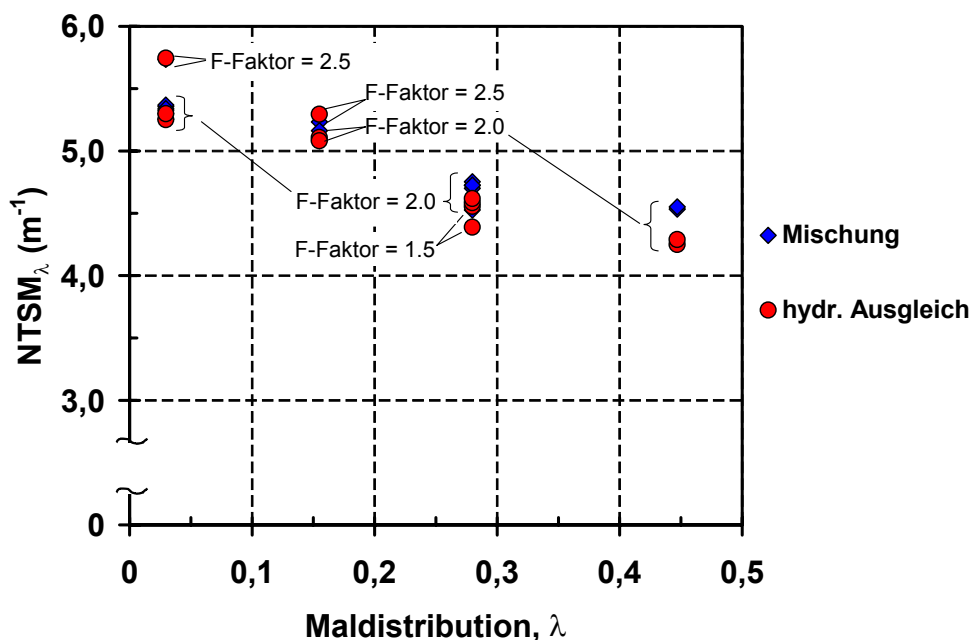


Abbildung 4–19: Trennleistung der Kolonne in Abhängigkeit von der aufgeprägten Maldistribution bei unterschiedlichen Dampfbelastungen

Eigentlich hätte man erwartet, dass man beim Betriebsfall „Mischung“ im unteren Kolonnenenteil keine Auswirkung der Maldistribution im oberen Kolonnenenteil sieht. Die Ergebnisse mit leerem Mischbehälter lassen jedoch darauf schließen, dass die Mischung gar nicht so perfekt war. Damit kann die vorherrschende Vorstellung, dass ein einfaches zentrales Zusammenführen der Rücklaufflüssigkeit, wie es durch den leeren Mischbehälter realisiert wird, zu einem vollständigen Konzentrationsausgleich führt, anhand der Untersuchungsergebnisse nicht bestätigt werden. Erst der Einbau von statischen Mischelementen (SMV-Mischer) in den zuvor leeren Mischbehälter führt zu annähernd gleichen Konzentrationszusammensetzungen auf der A- und B-Seite vor der Neuverteilung, was sich in einer besseren Trennleistung widerspiegelt (vgl. **Abbildung 4–21** und **4–22**).

Die horizontale Änderung der Zusammensetzung ist eine sehr empfindliche Anzeige für die Maldistribution. Mit zunehmender Maldistribution werden horizontale Konzentrationsunterschiede größer. In der Kolonnenhälfte mit größerer Rücklaufmenge ist die Konzentration der leichtsiedenden Komponente höher und umgekehrt. Den Effekt der horizontalen Konzentrationsunterschiede auf die scheinbare Trennleistung der Kolonnenäste verdeutlicht ein Vergleich der **Abbildungen 4–23** und **4–24**. Die **Abbildung 4–23** zeigt die Trennleistung der oberen Packungssektion für die jeweiligen Kolonnenäste (A- bzw. B-Seite) in Abhängigkeit von der aufgeprägten Maldistribution. Diese Darstellung veranschaulicht, dass beim Betriebsregime „Mischung“ beide Kolonnenäste die gleiche Trennleistung erzielen. Anders verhält es sich beim hydraulischen Ausgleich, hier sind deutliche Unterschiede erkennbar. Der Kolonnenast mit der überdurchschnittlichen Flüssigkeitsbelastung (immer die B-Seite außer bei $\lambda = 0,15$) erreicht eine geringere Trennleistung als zuvor beim Betriebsregime „Mischung“. Dagegen ist die Trennleistung der A-Seite höher als beim Betriebsregime „Mischung“. Betrachtet man beide oberen Kolonnenäste zusammengekommen, ergibt sich eine resultierende Trennleistung der oberen Packungssektion. Da beim Betriebsregime „Ausgleich“ die schlechte Reinheit des Produktes der B-Seite durch die deutlich bessere Produktreinheit der A-Seite kompensiert wird, ist die resultierende Trennleistung kaum schlechter als beim Betriebsregime „Mischung“ (vgl. **Abbildung 4–23**).

Im Unterschied zur oberen Packungssektion, wird in der unteren Packungssektion die Rücklaufflüssigkeit stets hydraulisch gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt aufgegeben.

Die **Abbildungen 4–21** bis **4–24** veranschaulichen mit den Messergebnissen für 15-prozentige Maldistribution, dass sich nach einem Seitenwechsel der überdurchschnittlichen Belastung, von der B-Seite auf die A-Seite, äquivalente Verhältnisse einstellen. Wie erwartet, kehren sich die Trennleistungen der Kolonnenäste dementsprechend qualitativ um, d.h. die A-Seite erreicht eine geringere Trennleistung als die B-Seite.

Auffällig ist, dass die Trennleistungen nach einem Seitenwechsel der Belastung (Maldistribution $\lambda = 0,15$) vom jeweiligen Trend abweichen und für beide Betriebsregime in der oberen Packungssektion schlechter und in der unteren Packungssektion besser sind. Die Ursache für dieses Verhalten war ein unsymmetrisches Verhalten der Packungssektion, d.h. die Dämpfung der aufgeprägten Maldistribution war davon abhängig, welche Seite stärker mit

Rücklaufflüssigkeit beaufschlagt wurde. Diese Annahme stützt sich auf Messergebnisse einer hydraulischen Untersuchung an der oberen Packungssektion (vgl. **Abbildung 4–20**). Diese zusätzliche Untersuchung erfolgte erst am Ende des Versuchsprogramms, im Rahmen einer ausgiebigen Reinigung der Kolonne mit Azeton. Dabei wurde die Packungssektion während des Waschvorganges beidseitig mit unterschiedlich starker Maldistribution beaufschlagt. Mit Hilfe der Massedurchflussmesser wurde näherungsweise die verbleibende Maldistribution unter der Packungssektion λ_{Ende} bestimmt. Erfolgte die überdurchschnittliche Flüssigkeitsbeaufschlagung auf der B-Seite, konnte innerhalb der Packungssektion eine starke Dämpfung der hydraulischen Ungleichverteilung festgestellt werden. Demgegenüber wurde bei starker Belastung der A-Seite die aufgeprägte Maldistribution kaum abgebaut. Eine Ursache für das unsymmetrische Verhalten konnte auch bei der kontrollierten Demontage der Kolonne nach Abschluss der Versuchsdurchführung nicht ermittelt werden.

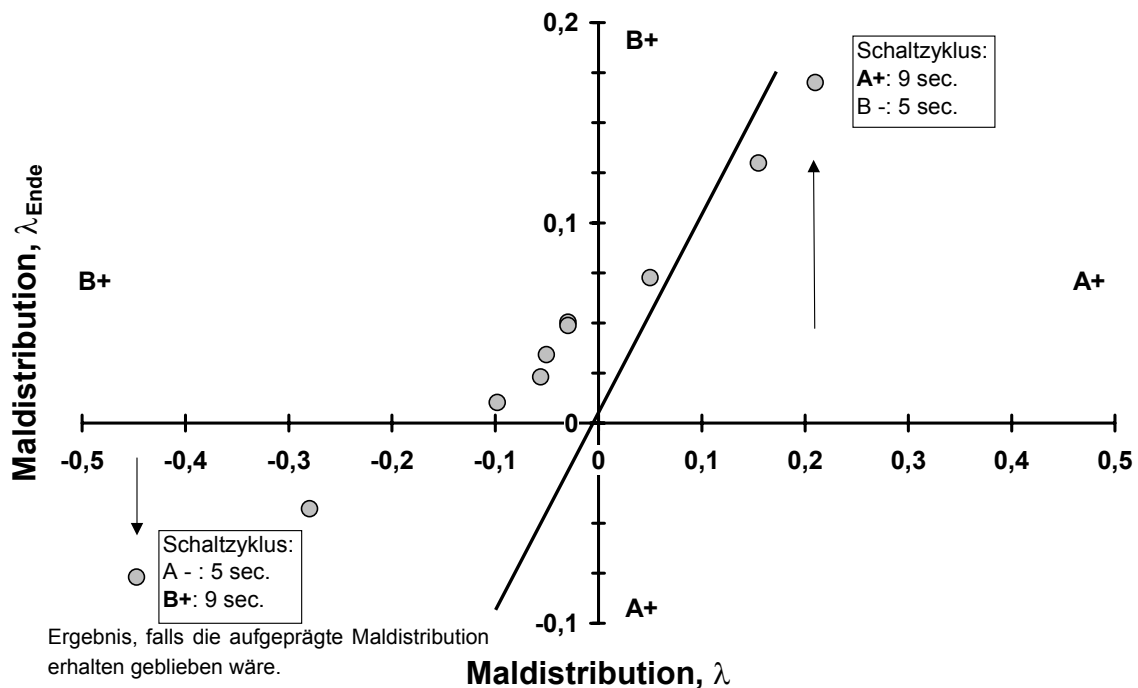


Abbildung 4–20: Vergleich der Abschwächung einer aufgeprägten Maldistribution innerhalb der oberen Packungssektion bei überdurchschnittlicher Belastung der A- bzw. B-Seite

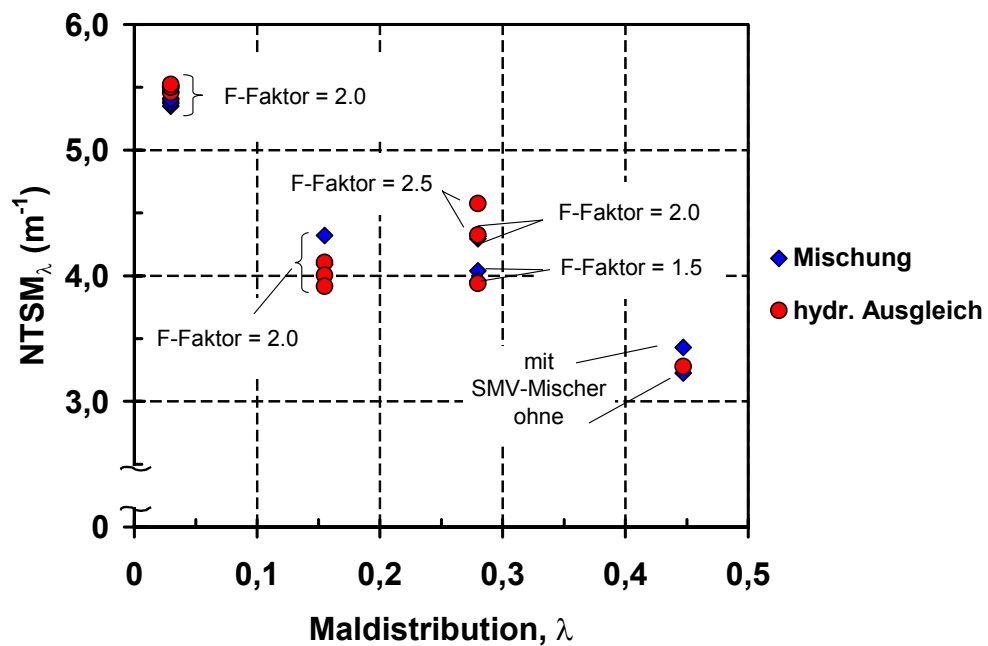


Abbildung 4-21: Trennleistung der oberen Packungssektion über die aufgeprägte Maldistribution

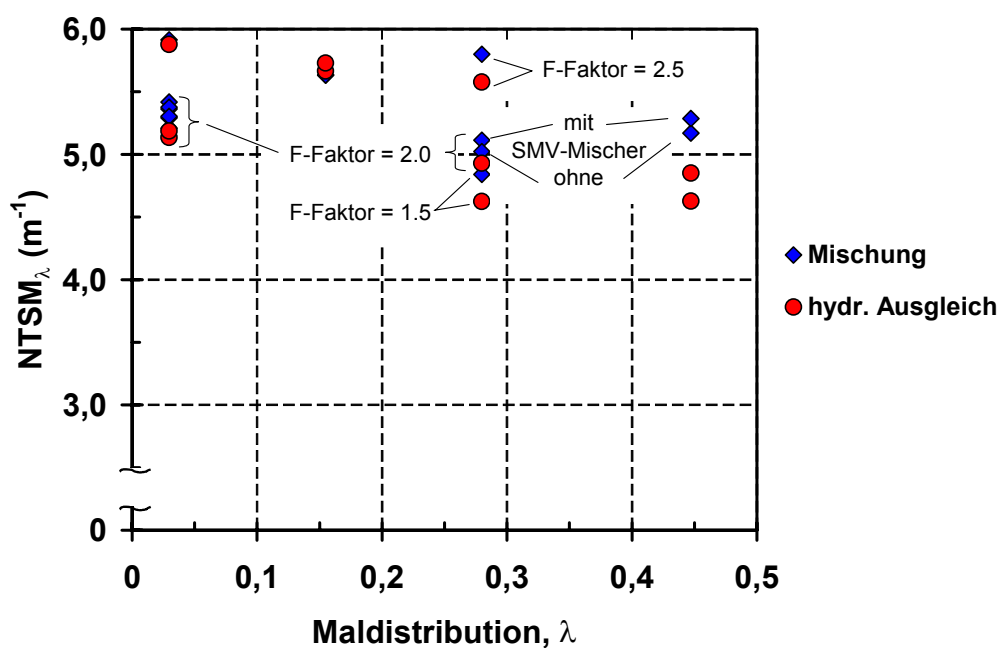


Abbildung 4-22: Trennleistung der unteren Packungssektion über die aufgeprägte Maldistribution

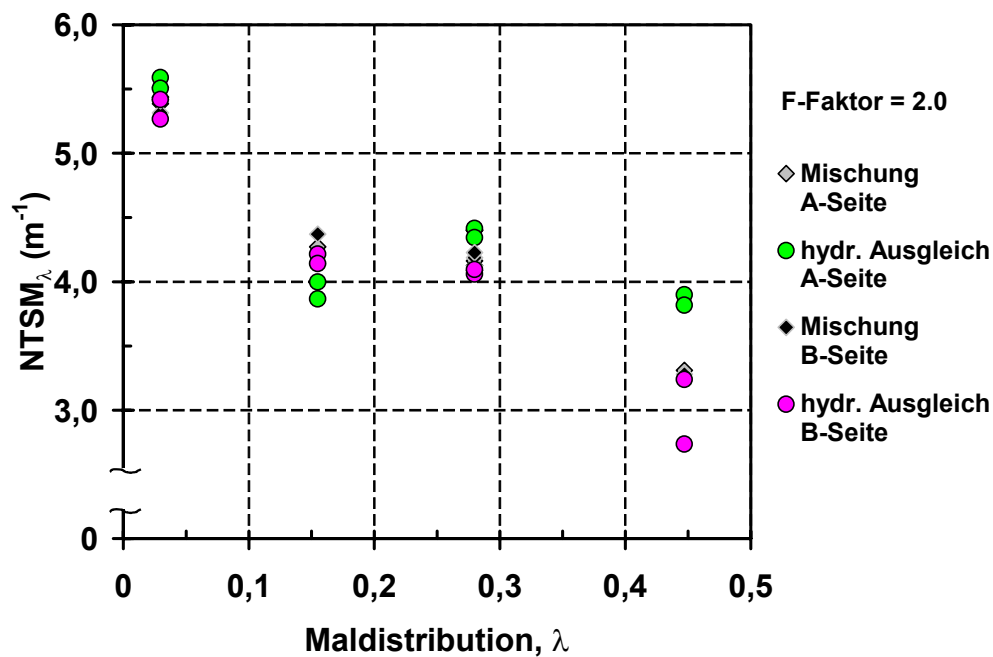


Abbildung 4–23: Scheinbare Trennleistung der oberen Kolonnenäste über die aufgeprägte Maldistribution

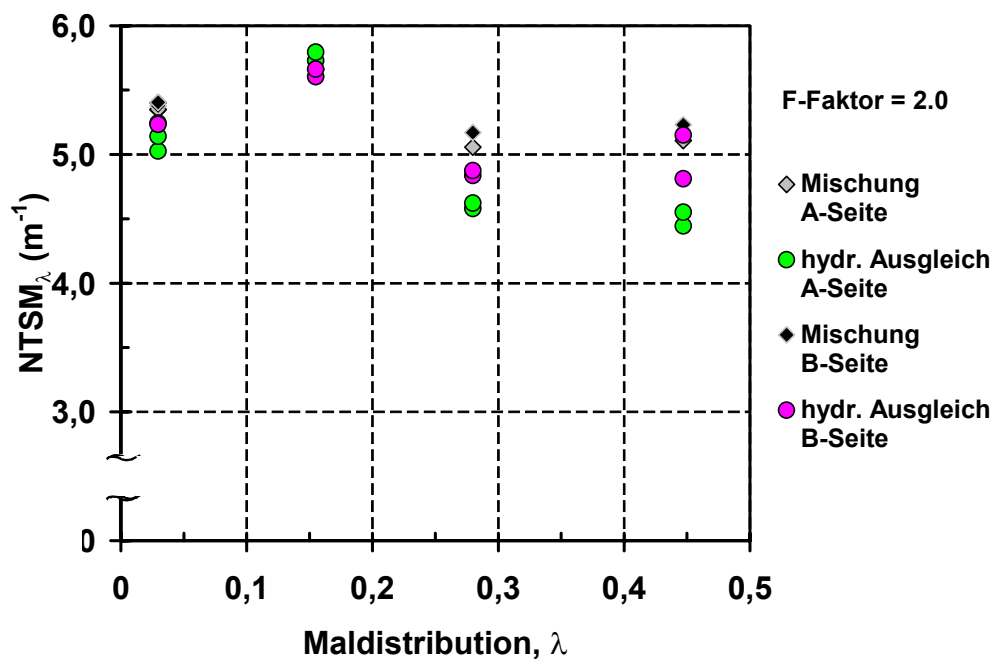


Abbildung 4–24: Scheinbare Trennleistung der unteren Kolonnenäste über die aufgeprägte Maldistribution

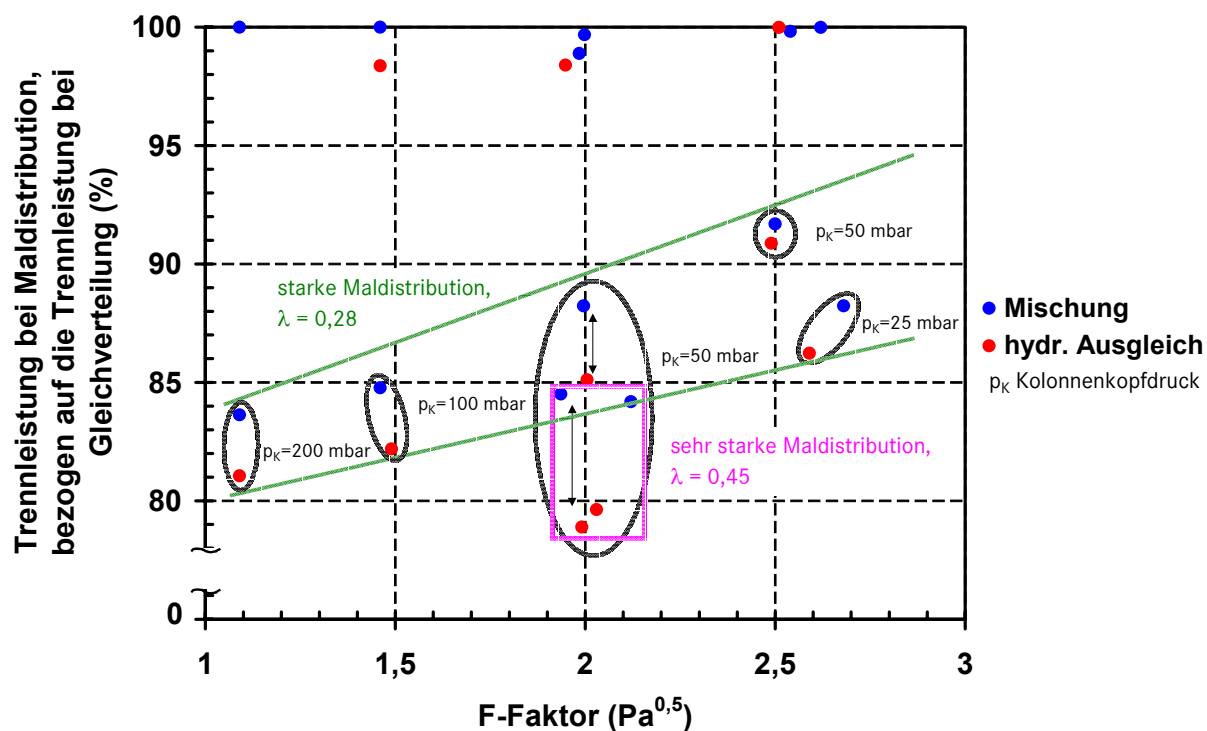


Abbildung 4-25: Trennleistung der Kolonne bei Maldistribution, bezogen auf die Trennleistung bei Gleichverteilung ($\lambda = 0$)

Die **Abbildung 4-25** verdeutlicht, dass der durch Maldistribution bewirkte Trennleistungsverlust mit steigender Dampfbelastung bzw. bei gleichbleibendem *F-Faktor* mit zunehmendem Kopfdruk sinkt. Bei einer aufgeprägten Maldistribution bleibt der Trennleistungsunterschied zwischen dem Betriebsregime „Mischung“ und dem Betriebsregime „Ausgleich“ annähernd gleich, wenn mit zunehmender Dampfbelastung der Kopfdruk proportional sinkt. Die Messergebnisse zeigen also, dass die Bedeutung des aufwendigen Konzentrationsausgleichs im Zwischenverteiler nachlässt, wenn bei konstantem Kopfdruk die dampfseitige Quervermischung mit höherem *F-Faktor* zunimmt.

4.2.1.6 Bewertung der Ergebnisse

Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchung bestätigen prinzipiell die Schlussfolgerungen aus den Berechnungen mit dem Zwei-Kolonnen-Modell (vgl. Kapitel 3.4). Es zeigt sich, dass der Unterschied zwischen „Ausgleich“ und „Mischung“ sich kleiner darstellt als bislang angenommen.

Aus den **Abbildungen 4-23** und **4-24** lässt sich ableiten, dass bei Ungleichverteilung Abschnitte der Bilanzlinie der einzelnen Kolonnenäste unterhalb der Diagonalen liegen, so dass in diesen Bereichen ein sehr großer Trennfortschritt möglich ist. Der Grund dafür sind große treibende Konzentrationsdifferenzen. Die Trennleistung fällt enorm ab, wenn die Bilanz-

linie des Kolonnenastes im McCabe-Thiele Diagramm „in die Nähe“ der Gleichgewichtslinie kommt (vgl. **Abbildung 3–9**). Dadurch wird die von jeder Teilkolonne erreichte Trennleistung durch die Vermischung des Dampfes am Kopf sowie der Flüssigkeit im Zwischenverteiler zum Teil wieder zunichte gemacht.

Bei den Versuchen konnte beobachtet werden, dass sich ein zwischen beiden Kolonnenästen oberhalb der Neuverteilung entstandener Konzentrationsunterschied in der flüssigen Phase auf die Trennleistung der unteren Packungssektion nur gering auswirkt. Der verursachte Trennleistungsverlust wird durch den vollständigen Konzentrationsausgleich klein gehalten. Bei einer schwachen bis mittelstarken aufgeprägten Maldistribution in der obersten Packungssektion zeigt sich, dass mit einem einfachen hydraulischen Ausgleich in der darunter angeordneten Packungssektion gleiche Trennleistungen erzielbar sind, wie bei vollständigem Konzentrationsausgleich. Erst bei sehr starker Maldistribution ($\lambda > 0,3$) lässt die Trennleistung der Kolonne gegenüber dem Betriebsregime „Mischung“ deutlich nach.

Die auf Simulationsergebnisse basierende Vermutung, dass bei hydraulischem Ausgleich ohne vollständigen Konzentrationsausgleich unterhalb der oberen Packungssektion dampfseitig ein sehr großer Konzentrationsunterschied ($\geq 20\%$, bei $\lambda = 0,20$) entsteht, kann durch die Messungen nicht bestätigt werden. Die Untersuchung der horizontalen Konzentrationsunterschiede in der Gasphase mit den Gasentnahmesonden nahe der Kolonnenwand auf der A- und B-Seite ergeben eine maximale Abweichung von ca. 14 % (bei $\lambda \approx 0,45$).

Aus den gemessenen Konzentrationsunterschieden nach dem Mischbehälter (mit und ohne SMV-Mischer) und der berechneten Trennleistung der Kolonne (vgl. **Abbildung 4–21, 4–30 und 4–31**) lässt sich für diese Kolonnenkonfiguration ableiten, dass ein Zusammenführen der Rücklaufflüssigkeit in ein einfaches Leerrohr für einen vollständigen Konzentrationsausgleich nicht ausreicht.

Bei den experimentellen Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Randgängigkeit vermieden und für die untere Packungssektion eine gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe gewährleistet (vgl. Kapitel 4.2). Insofern stimmen die vorgestellten Ergebnisse eher für geordnete Packungen als für regellose Füllkörperschüttungen, da letztere zur Randgängigkeit neigen (vgl. z.B. **POTTHOFF** [30] und **STIKELMANN** [40]).

Der Austausch von Dampf und Flüssigkeit innerhalb der Packung zwischen benachbarten Kolonnenbereichen (A- und B-Seite) bewirkt auch, dass das Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis sich über die Kolonnenhöhe verändern kann. Die sich unter Berücksichtigung dieser Effekte ergebenden Konzentrationsprofile lassen sich mit der einfachen Vorstellung von getrennten vertikalen Kolonnenbereichen nicht exakt beschreiben. Dennoch erleichtert diese Betrachtungsweise die Interpretation der gemessenen Konzentrationsprofile.

Die Frage hinsichtlich einer Größenordnung für die natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit in modernen Packungen lässt sich auch nach Abschluss der experimentellen Untersuchungen nur packungsspezifisch und für eine kurze Packungssektion beantworten. Aus der **Abbildung 4–20** lässt sich ableiten, dass sich in der oberen Packungssektion bei einer aufge-

prägen Gleichverteilung eine natürliche Ungleichverteilung in der Größenordnung von $\lambda_N \approx 0,025$ pro m Packungshöhe ausbildet.

4.2.2 Verteilerprüfstand

Wie bereits erläutert, hat auch die Eingangsverteilung der Flüssigkeit eine wesentliche Bedeutung für die Trennleistung von Packungen. Aus diesem Grund wurde die Eingangsverteilung für verschiedene Betriebsbedingungen überprüft. Hierzu wurde ein Verteilerprüfstand für Flächenmessungen und Durchsatzkontrollen zur Hilfe genommen, der in **Abbildung 4–26** schematisch dargestellt ist und nachfolgend näher erläutert wird. Außerdem wird beschrieben, wie darüber hinaus die Intensität des Mischvorganges vor der Neuverteilung untersucht wurde.

4.2.2.1 Bestimmung der Eingangsverteilung der Flüssigkeit

Um die Eingangsverteilung für verschiedene Betriebsbedingungen zu untersuchen, werden beide Verteiler (VEG und VKG) nacheinander auf einem Verteilerprüfstand montiert. Damit eine Kalibrierung der aufgeprägten Maldistribution erfolgen kann, wird der VEG-Verteiler zusätzlich an den Rücklaufverteiler und Beruhigungsbehälter angeschlossen. Der Schaltzyklus des Rücklaufverteilers wird vor jeder Messung eingestellt und bestimmt so die Stärke der aufgeprägten Maldistribution.

Die Testflüssigkeit bei dieser Untersuchung ist Wasser, das zum Testen des VEG-Verteilers hierbei aus einem tief gelegenen Becken über Pumpe, Durchflussmesser, Beruhigungsbehälter, Rücklaufverteiler, VEG-Verteiler und Messbehälter im Kreislauf geführt wird. Nachdem der Flüssigkeitsdurchsatz auf einen gewünschten Wert konstant eingestellt ist und sich im VEG-Verteiler ein stationärer Strömungszustand ausgebildet hat, wird eine Ablenkplatte entfernt und damit der Messbehälter freigegeben.

Ein Kran mit einer Hebebühne kann unter dem Verteiler frei bewegt werden, so dass der Messbehälter mit dem effektiven Auslaufstrom des Verteilers in jeder Position gefüllt werden kann. Dabei werden je Verteiler 12 Positionen abgefahren und jeweils 4 Tropfstellen untersucht. Das Wasser fließt dadurch während des Versuches aus dem Verteiler direkt in den Auffangtrichter des Messbehälters. Wenn die Wassersäule im Messbehälter ihren maximalen Füllstand erreicht, verschließt die Ablenkplatte automatisch die Öffnung des Messbehälters. Die Zeit zwischen dem Öffnen und Verschließen des Messbehälters wird mit einer internen Stoppuhr gemessen. Das ganze Messsystem arbeitet rechnerunterstützt, was eine schnelle Analyse der Resultate ermöglicht.

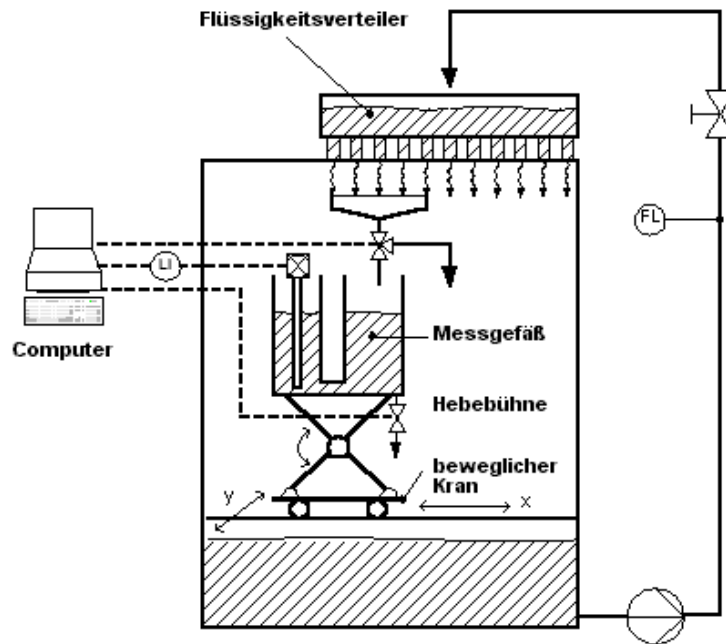


Abbildung 4–26: Prinzip der Flächenmessung und Durchsatzkontrolle, mit beweglichem Kran, Hebebühne, Auffangtrichter und Messgefäß

4.2.2.2 Betrachtung des Mischvorgangs vor der Neuverteilung

Es wurde bereits angeführt, dass sich die Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ in der Intensität des Mischvorganges während der Neuverteilung unterscheiden. Um einen besseren Eindruck von der Intensität des Mischvorganges zu gewinnen, wurden zusätzlich Untersuchungen mit Elektrolyt- und Farbzugabe durchgeführt. Durch die Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit und der Farbintensität ist eine Abschätzung der Mischintensität möglich.

Für diese Untersuchung wurde die gesamte Wiederverteilstation (Ringkanal, Misch- und Ausgleich-Vorrichtung sowie VKG-Verteiler) auf dem Verteilerprüfstand aufgebaut. Durch manuelles Betätigen der Ventile werden die verschiedenen Betriebsregime eingestellt. Der geteilte Ringkanal wird aus zwei separaten Leitungen mit Wasser gespeist. Dadurch kann die Stärke der Maldistribution nach Wunsch eingestellt werden. Im Fall der Gleichverteilung ($\lambda = 0$) beträgt die Wasserbelastung für beide Teile des Ringkanals $1,5 \text{ m}^3/\text{h}$. Der ungünstigste Fall ($\lambda = 0,2$) entspricht dem Verhältnis von $1,8 \text{ m}^3/\text{h}$ zu $1,2 \text{ m}^3/\text{h}$. Gleichzeitig wird einer Hälfte des Ringkanals mit Hilfe einer Schlauchpumpe etwas blaufärbte konzentrierte Kochsalzlösung zugeführt. Zahlreiche regellose angeordnete Füllkörper sorgen in diesem Teil des Ringkanals für eine sorgfältige Vermischung. Anschließend durchströmen beide Flüssigkeitsströme die Misch- und Ausgleich-Vorrichtung bis zum VKG-Verteiler. In diesem wird schließlich sichtbar, inwieweit eine Vermischung erfolgt ist. Zusätzlich wird mit einem Detektor die Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit zwischen Ringkanal und Verteiler gemessen.

4.2.2.3 Messergebnisse

Zur Veranschaulichung der Resultate sind in **Abbildung 4–27** bis **Abbildung 4–31** Beispiele für die resultierenden Farbintensitäten dargestellt. Trotz der ungleichmäßigen Ausleuchtung lassen die Bilder erkennen, dass ein Farbausgleich nur bei Ungleichverteilung stattfindet, ein hydraulischer Ausgleich ohne gezielten Konzentrationsausgleich möglich ist und ohne statischen Mischer keine vollständige Vermischung erzielt wird.

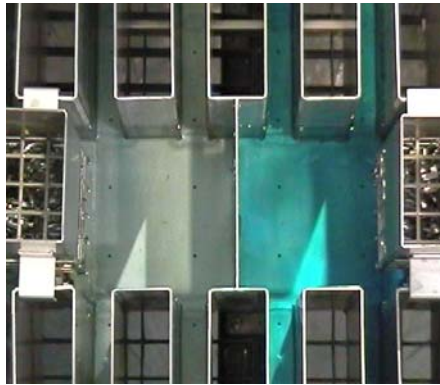


Abbildung 4–27: Maldistribution $\lambda = 0$, Betriebsregime „Ausgleich“, keine sichtbare Vermischung



Abbildung 4–28: Maldistribution $\lambda = 0$, Betriebsregime „Mischung“ mit SMV-Mischer, recht Seite geringfügig blauer, unvollständige Vermischung

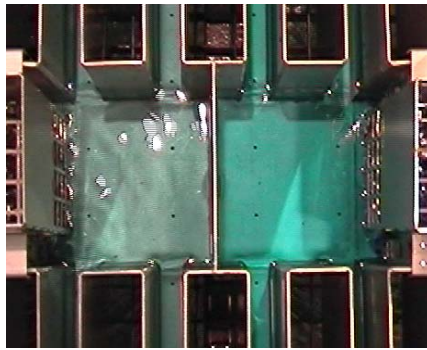


Abbildung 4–29: Maldistribution $\lambda = 0,2$, Betriebsregime „Ausgleich“, rechte Seite deutlich blauer, unvollständige Vermischung

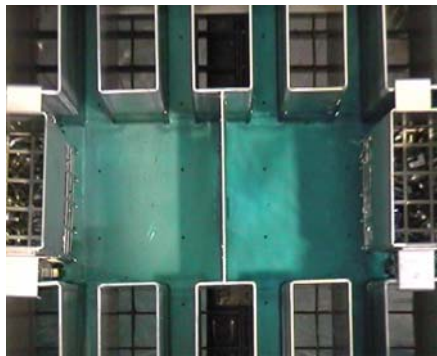


Abbildung 4–30: Maldistribution $\lambda = 0,2$, Betriebsregime „Mischung“ ohne SMV-Mischer, recht Seite deutlich blauer, unvollständige Vermischung



Abbildung 4–31: Maldistribution $\lambda = 0,2$, Betriebsregime „Mischung“ mit SMV-Mischer, beide Seiten gleich blau, vollständige Vermischung

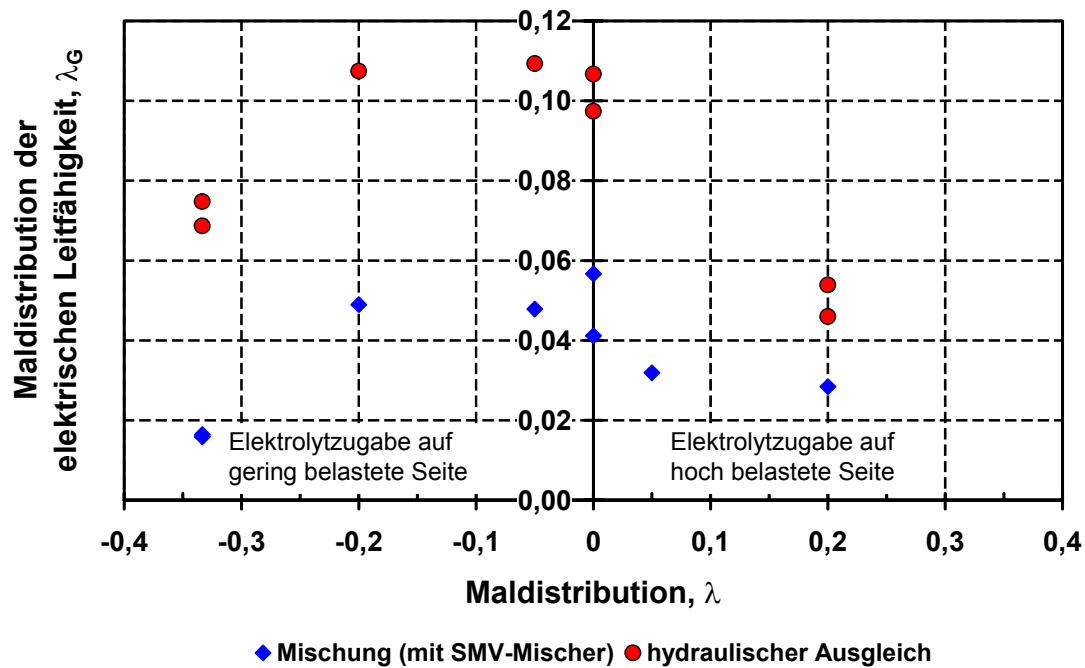


Abbildung 4–32: Vergleich der Intensität des Mischvorgangs in der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung vor der Neuverteilung für unterschiedliche Betriebszustände

Die Messergebnisse hinsichtlich des Mischvorgangs in der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung vor der Neuverteilung sind in **Abbildung 4–32** dargestellt. Die Messung des elektrischen Leitwerts G erfolgte mit einem Detektor vom Typ HI 933100 (Fa. Hanna Instruments). Mit der Gl. (4–11) wurde Ungleichverteilung des elektrischen Leitwerts λ_G berechnet

$$\lambda_G = 1 - \frac{G_A}{\frac{G_A + G_B}{2}} \quad (4-11)$$

Aus der Lage der Messpunkte folgt, dass beim Betriebsregime „Mischung“ der Mischvorgang grundsätzlich intensiver ist.

Für beide Betriebsregime ist festzustellen, dass aus einer sehr starken aufgeprägten Maldistribution auch ein massiver hydraulischer Ausgleich resultiert. Infolgedessen erhöht sich die Intensität des Mischvorgangs erheblich.

Beim Betriebsregime „Ausgleich“ ist die Verfahrensweise der Elektrolytzugabe mitentscheidend. Erfolgt die Elektrolytzugabe auf die hoch belastete Seite wird eine bessere Vermischung erzielt und umgekehrt. Die Ursache dafür ist, dass bei Zugabe auf die gering belastete Seite der Elektrolyt nicht auf die andere Seite gelangt. Der Elektrolyt verbleibt vollständig auf dieser Seite und wird lediglich verdünnt.

4.2.2.4 Bewertung der Ergebnisse

Die Ergebnisse belegen, dass die Kombination von VKG-Verteiler und Misch- und Ausgleich-Vorrichtung sich dafür eignet, einen vollständigen Konzentrationsausgleich bewusst zu verhindern bzw. zu forcieren. Bei korrekter Einstellung der Regelventile finden im VKG-Verteiler keine Misch- und Ausgleichsvorgänge durch das perforierte Trennblech statt.

Überraschend sind die Testergebnisse beim Betriebsregime „Mischung“, insbesondere für den Fall der Gleichverteilung. Sie lassen erkennen, dass zwar der zusätzlich eingebaute statische Mischer eine deutliche Verbesserung des Mischvorgangs bewirkt, aber dennoch kein vollständiger Konzentrationsausgleich erreicht wird.

Die Verteilqualität der eingesetzten Verteiler ist sehr gut. Die ermittelte relative Standardabweichung beträgt weniger als 2 %. Der Einfluss der Dampfverteilung wurde bei der Messung der Verteilqualität nicht berücksichtigt, wodurch die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf den Einsatz in der Testkolonne eingeschränkt werden muss.

4.3 Bewertung der experimentellen Untersuchungsergebnisse

Die Ziele der experimentellen Untersuchungen, einen zumindest qualitativen Vergleich mit Ergebnissen der Berechnungen zu ermöglichen und eine Vorstellung über die Strömungsverhältnisse innerhalb der Packungssektionen, der Verteiler und in der Misch- und Ausgleich-Vorrichtung zu erlangen, wurden erreicht.

Die Trennleistung einer Füllkörperkolonne wird maßgeblich von der aufgeprägten Flüssigkeitsverteilung bestimmt. Dies wurde durch Versuche mit bewusst herbeigeführter unterschiedlich starker Maldistribution belegt.

Betrachtet man die Messergebnisse, wird erkennbar, dass die mit der realen Kolonne erzielten Trennleistungen größer sind als die mit dem einfachen Zwei-Kolonnen-Modell numerisch berechneten zumindest im Bereich von $\lambda > 0,1$. Als wichtigstes Ergebnis ist abzuleiten, dass es praktisch keinen Unterschied in der Trennleistung zwischen „Mischung“ und „Ausgleich“ bei sonst gleichen Betriebsbedingungen gibt, vgl. **Abbildung 4–33**. Damit bestätigen die Messergebnisse die Berechnungen des modifizierten Zwei-Kolonnen-Modells, das auch die Dampfquervermischung berücksichtigt.

Als wesentliche Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen lässt sich somit festhalten, dass

- die Versuche die Ergebnisse der numerischen Simulation qualitativ bestätigen
- die hydraulisch gleichmäßige Neuverteilung von größter Wichtigkeit ist
- der vollständige Konzentrationsausgleich erhöht die Trennleistung vor allem durch ein radial ausgeglicheneres dampfseitiges Konzentrationsprofil

- der aufwendige vollständige Konzentrationsausgleich im Zwischenverteiler weniger zur Verbesserung des Stoffaustauschs beiträgt, als bislang durch das einfache Zwei-Kolonnen-Modell angenommen wurde

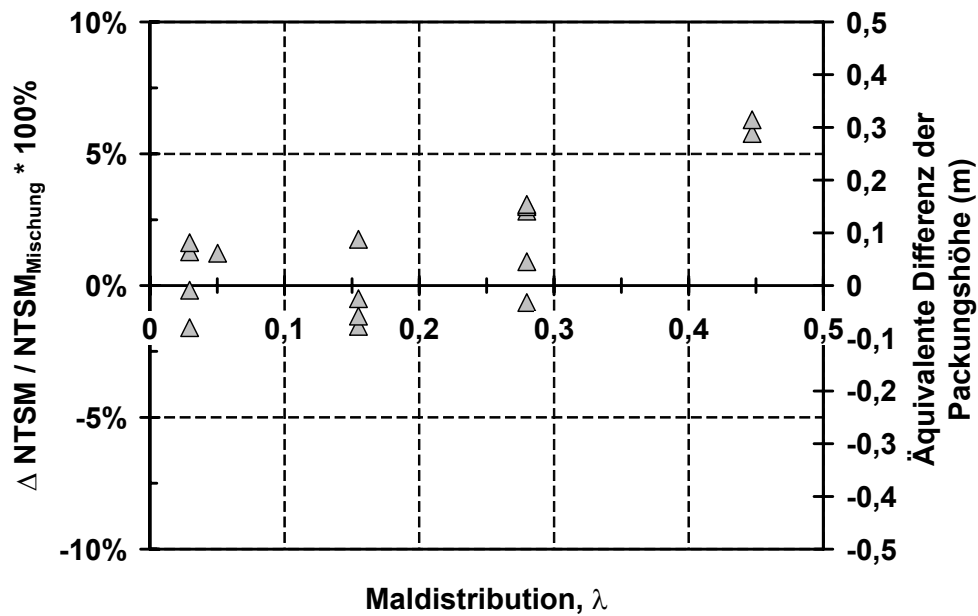


Abbildung 4-33: Unterschied in der Trennleistung zwischen „Mischung“ und „Ausgleich“ bei sonst gleichen Betriebsbedingungen

Aufgrund der verbleibenden Abweichungen zwischen den experimentellen und berechneten Werten für die Trennleistung ist eine Anpassung des Simulationsmodells sinnvoll.

5 Anpassung des Modells

5.1 Modellbeschreibung nach Anpassung von Modellparametern

Mit Hilfe der experimentell gewonnenen Erkenntnisse konnte das Simulationsmodell angepasst werden. Die Modellparameter wurden jeweils so angeglichen, dass die berechneten Trennleistungen und Konzentrationsprofile möglichst gut mit den gemessenen übereinstimmen. Dazu wurde erstens der λ_N -Wert auf 0,025 pro m Packungshöhe erhöht (vgl. **Abbildung A-4** bis **Abbildung A-7**). Zweitens das Zwei-Kolonnen-Modell um zwei Kolonnenäste zu einem Vier-Kolonnen-Modell erweitert (mit einem λ_N -Wert 0,018 pro m Packungshöhe). In einem dritten Schritt wurde die Anzahl der theoretischen Böden von 30 auf 33 erhöht, so dass bei Gleichverteilung und $\lambda_N = 0$ pro m Packungshöhe die obere Packungssektion 12 theoretische Trennstufen entspricht und die untere Packungssektion 21.

Vier-Kolonnen-Modell mit Querströmen

Die **Abbildungen 5-2** bis **5-5** verdeutlichen, dass die Modell-Kolonne wieder in eine A- und B-Seite unterteilt ist, wobei sich aber jede Seite aus zwei parallelen Kolonnenästen zusammensetzt. Somit besteht die simulierte Kolonne jetzt aus vier parallelen Kolonnenästen. Für die aufsteigende Dampfströmung ändert sich dabei wenig. Einer Kolbenströmung gleich, behält sie ihre aufgeprägte Gleichverteilung vom Sumpf bis zum Kondensator bei. Eine horizontale Dampfströmung ermöglicht die gasseitige Quervermischung. Die Stärke der horizontalen Dampfströmung wurde, außer bei einer Fallstudie, die eine zehnfach stärkere Dampfströmung simuliert, vom Zwei-Kolonnen-Modells übernommen. Nach der Kondensation des Dampfes erfolgt die Verteilung der Rücklaufflüssigkeit auf die geviertelte obere Packungssektion, diese Verteilung kann wiederum gleichmäßig oder aber ungleichmäßig sein, um in der oberen Packungssektion bewusst eine horizontale Konzentrationsdifferenz zu erzeugen.

Die asymmetrisch angeordneten horizontalen Querströme der flüssigen Phase zwischen den parallelen Kolonnenästen sollen wie zuvor im Zwei-Kolonnen-Modell die natürliche Ungleichverteilung innerhalb der Packung nachbilden. Je nach Orientierung verstärkt oder vermindert sie (pro-wirkend bzw. contra-wirkend) eine aufgeprägte Maldistribution. Die Anzahl dieser horizontalen Querströme zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen beträgt in der oberen Packungssektion 7 und in der unteren 13. In der unteren Packungssektion ist die Stärke der Querströme für alle Rechnungen konstant, dabei wird eine packungsspezifische Ungleichverteilung in der Größenordnung von $\lambda_N = 0,018$ pro m Packungshöhe simuliert. Bei fast allen Berechnungen trifft dieser λ_N -Wert auch auf die obere Packungssektion zu. Ausnahmen sind numerische Untersuchungen, bei denen die Stärke dieser 7 Querströme proportional mit der aufgeprägten Maldistribution variiert (vgl. **Abbildung 5-1**).

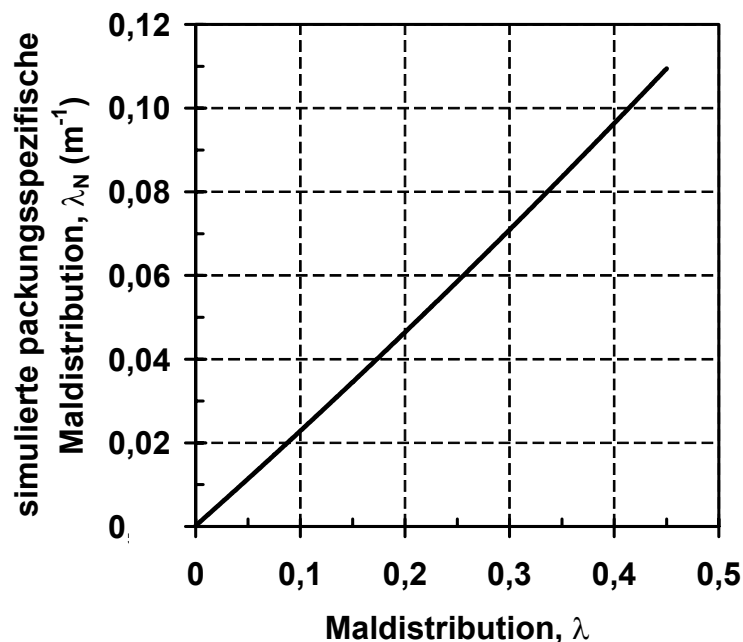


Abbildung 5-1: Annahme für die Stärke der packungsspezifischen Maldistribution λ_N in der oberen Packungssektion in Abhängigkeit von der aufgeprägten Maldistribution λ

Im Fall einer aufgeprägten Gleichverteilung wird der äußere rechte Kolonnenast allmählich von einer überdurchschnittlichen Flüssigkeitsmenge durchströmt, die beiden mittleren Kolonnenäste von einer durchschnittlichen und der äußere linke allmählich von einer unterdurchschnittlichen.

Erhält hingegen die A-Seite der oberen Packungssektion zu wenig Rücklaufflüssigkeit und die B-Seite zu viel wird eine aufgeprägte Maldistribution simuliert. In solchen Fällen nimmt bereits die anfängliche Flüssigkeitsbelastung von rechts nach links zu. Die **Abbildungen 5-2 bis 5-5** verdeutlichen, dass in der oberen Packungssektion der äußere rechte Kolonnenast von einer sehr unterdurchschnittlichen Flüssigkeitsmenge durchströmt wird, der zweite Kolonnenast von rechts von einer gering unterdurchschnittlichen, der dritte Kolonnenast von rechts von einer leicht überdurchschnittlichen und der äußere linke von einer stark überdurchschnittlichen. Dieses ungleichförmige Strömungsprofil der Flüssigkeit wird durch die asymmetrisch angeordneten Querströme der flüssigen Phase innerhalb der Packung abgeschwächt (vgl. **Abbildung 5-2**) oder verstärkt (vgl. **Abbildung 5-3**).

Wie bei den vorangegangenen Modellen wird unter der oberen Packungssektion die Rücklaufflüssigkeit gesammelt. Im Falle des Betriebsregimes „Mischung“, dem hydraulischen Ausgleich mit gezieltem Konzentrationsausgleich, wird die Rücklaufflüssigkeit aller vier oberen Teilkolonnen zusammengeführt, mit dem Feed vermischt und wie in **Abbildung 5-2** gezeigt, anschließend gleichmäßig auf die unteren Teilkolonnen aufgegeben.

Demgegenüber findet beim Regime „Ausgleich“ nur ein hydraulischer Ausgleich statt, d.h. überschüssige Rücklaufflüssigkeit wird zum benachbarten Kolonnenast geleitet. Die **Abbildung 5–4** zeigt diese Modellvariante, die einen vollständigen Konzentrationsausgleich bewusst vermeidet. Alle vier unteren Teilkolonnen erhalten nach der Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit und nach Zugabe des Feeds die gleiche Menge Flüssigkeit. Das resultierende Flüssigkeitsgemisch durchströmt dann den unteren Teil der Kolonnenäste. Am Sumpf der Teilkolonnen werden die Rücklaufströme abgezogen und zusammengeführt, wodurch sich für das Sumpfprodukt eine resultierende Zusammensetzung x_S ergibt. Von diesem Gemisch wird an dieser Stelle die gleiche Flüssigkeitsmenge als Sumpfprodukt abgezogen, wie am Kolonnenkopf Destillat für das Kopfprodukt. Der überwiegende Teil der Rücklaufflüssigkeit wird dem Verdampfer zugeführt und verbleibt somit im Kreislauf.

Die Berechnungen in der oberen Packungssektion basieren auf folgende Modifikationen:

- 3 horizontale Querströme der gasförmigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von rechts nach links
- 3 horizontale Querströme der gasförmigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von links nach rechts
- 7 horizontale Querströme der flüssigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von links nach rechts

und in der unteren Packungssektion

- 5 horizontale Querströme der gasförmigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von rechts nach links
- 5 horizontale Querströme der gasförmigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von links nach rechts
- 13 horizontale Querströme der flüssigen Phase zwischen zwei angrenzenden Teilkolonnen von links nach rechts

Die **Abbildung 5–5** zeigt ein modifiziertes Vier-Kolonnen-Modell, das mit einem zweigeteilten Flüssigkeitssammler die experimentelle Misch- und Ausgleich-Vorrichtung nachbildet. Beim Betriebsregime „Ausgleich“ erfolgt dadurch vor dem hydraulischen Ausgleich zwischen der A- und B-Seite eine bewusste Mischung auf der jeweiligen Seite. Infolgedessen werden auch beim Betriebsregime „Ausgleich“ größere Flüssigkeitsmengen unter der oberen Packungssektion zusammengefasst und somit Konzentrationsunterschiede über den simulierten Kolonnenquerschnitt stärker abgebaut.

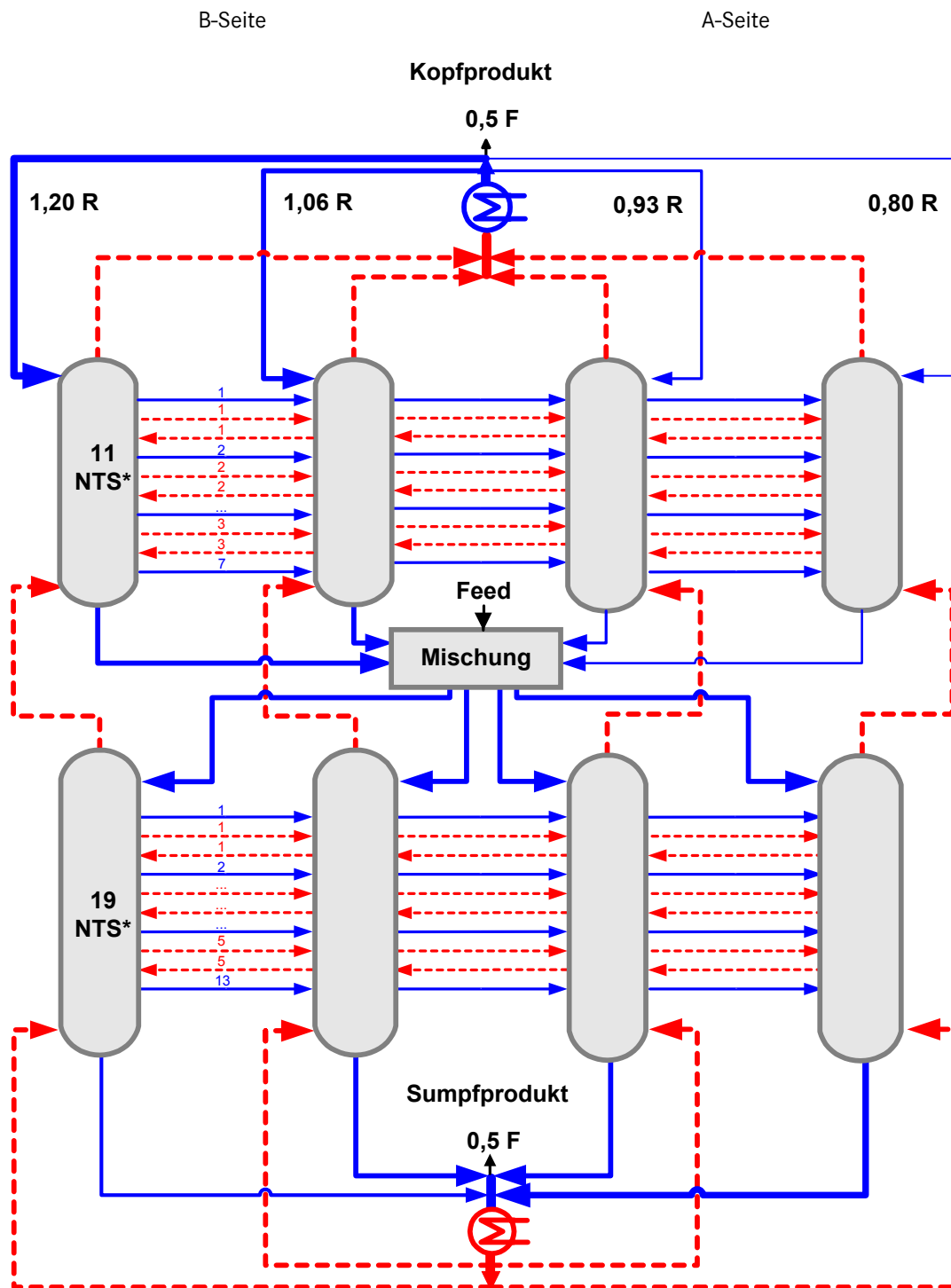


Abbildung 5-2: Vier-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“ für eine aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,15$) mit dampfseitiger Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packungssektion (contra-wirkend)

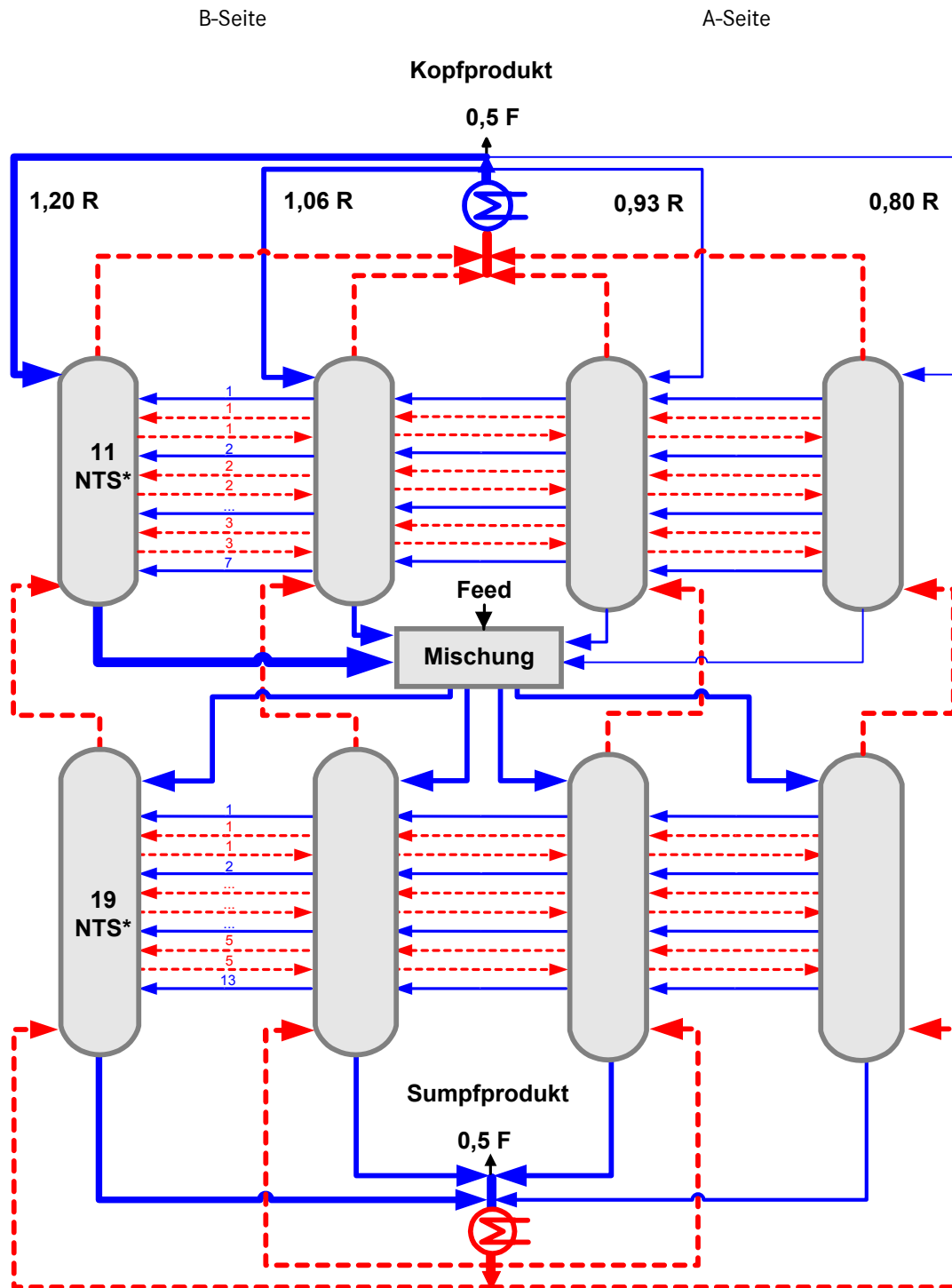


Abbildung 5-3: wie Abbildung 5-2 aber aufgeprägte Maldistribution wird durch natürliche Ungleichverteilung (pro-wirkend) verstärkt

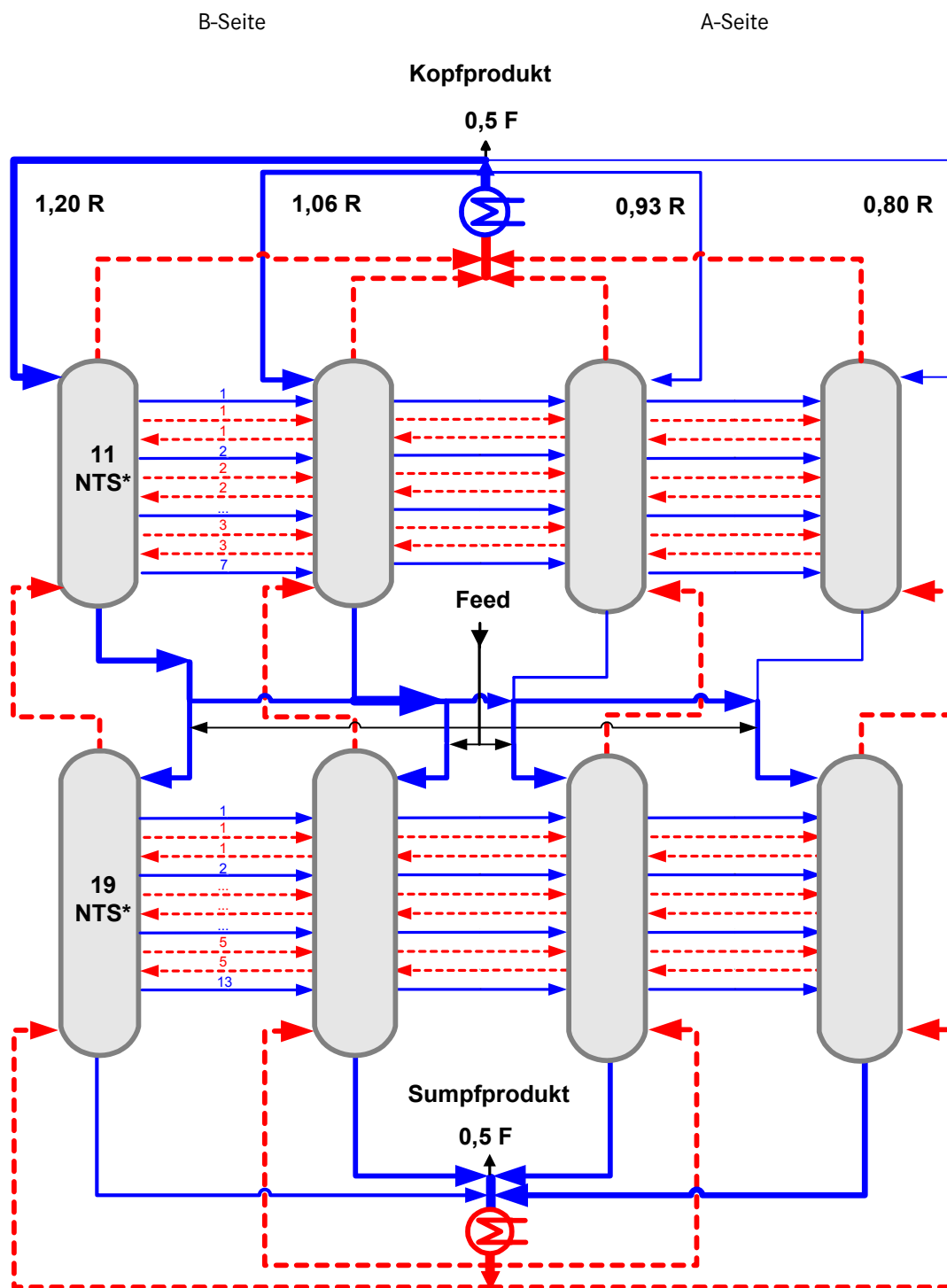


Abbildung 5-4: Vier-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Ausgleich“ für eine aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,15$) mit dampfseitiger Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packungssektion (contra-wirkend)

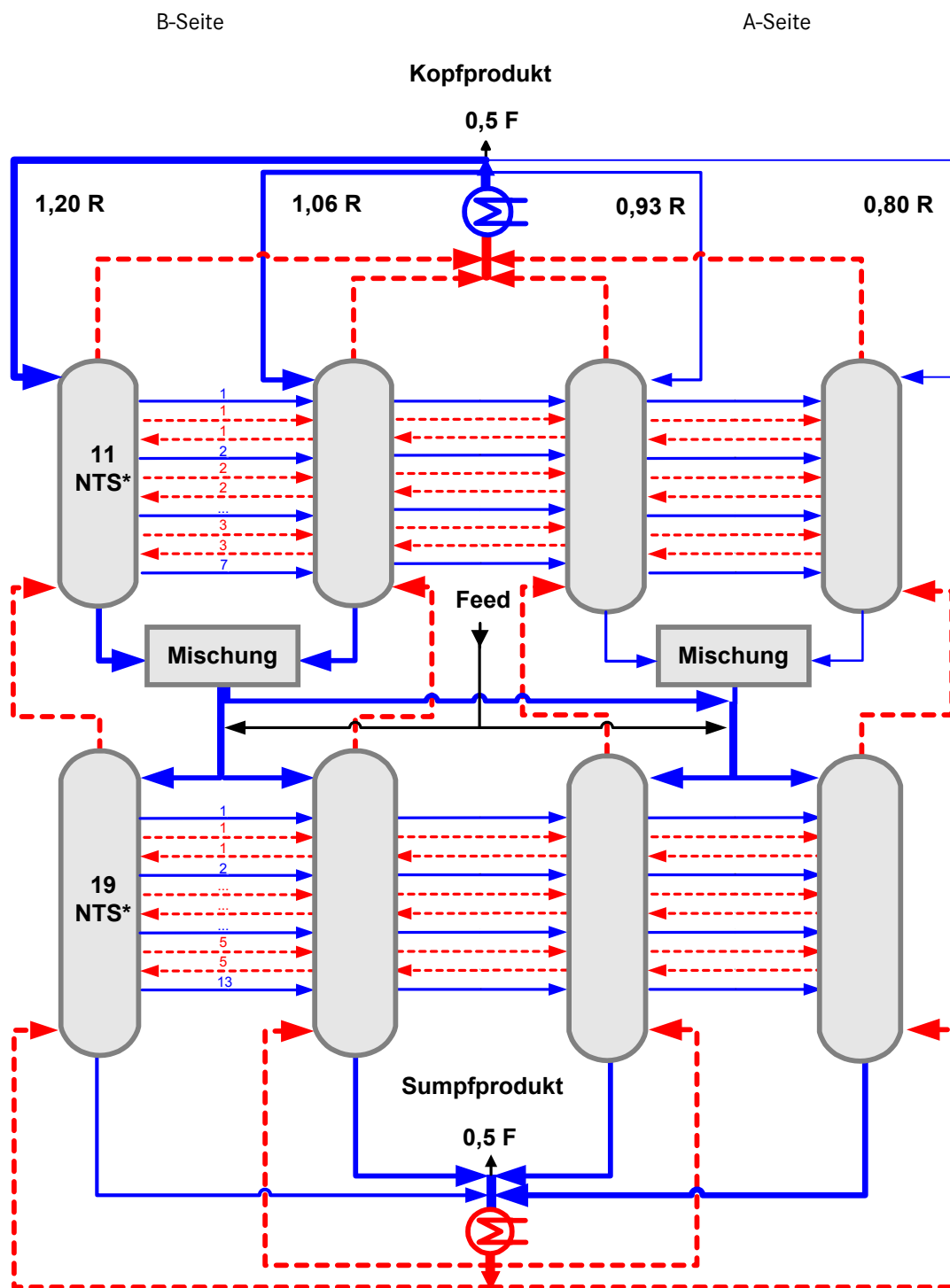


Abbildung 5–5: Modifiziertes Vier-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Ausgleich“ mit bewusster Mischung im zweigeteiltem Sammler für eine aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,15$) mit dampfseitiger Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packungssektion (contra-wirkend)

5.2 Ergebnisse

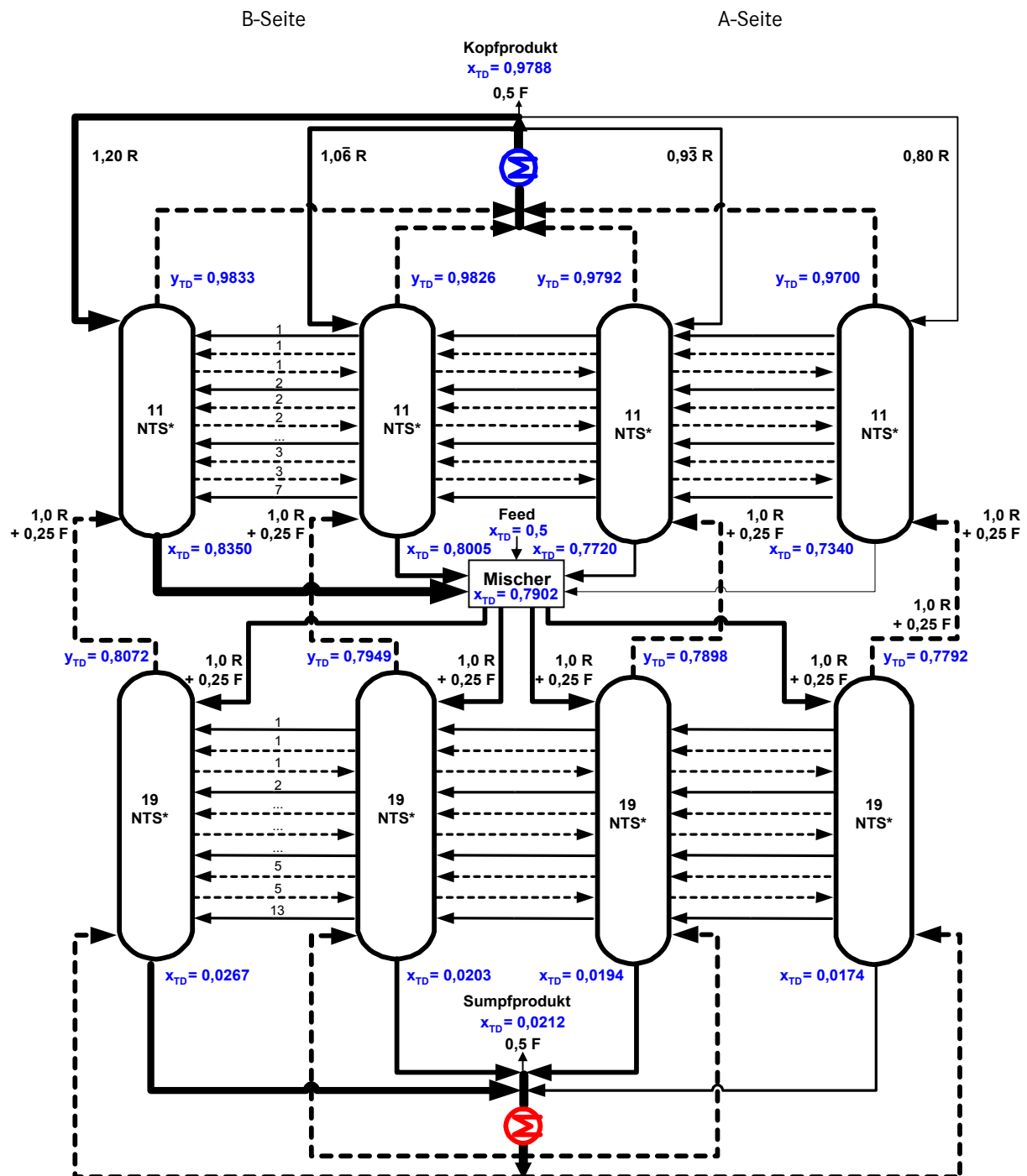


Abbildung 5–6: Ergebnisse für das Vier-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“ für eine aufgeprägte Maldistribution ($\lambda = 0,15$) mit dampfseitiger Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packungssektion (pro-wirkend, vgl. Abbildung 5–3)

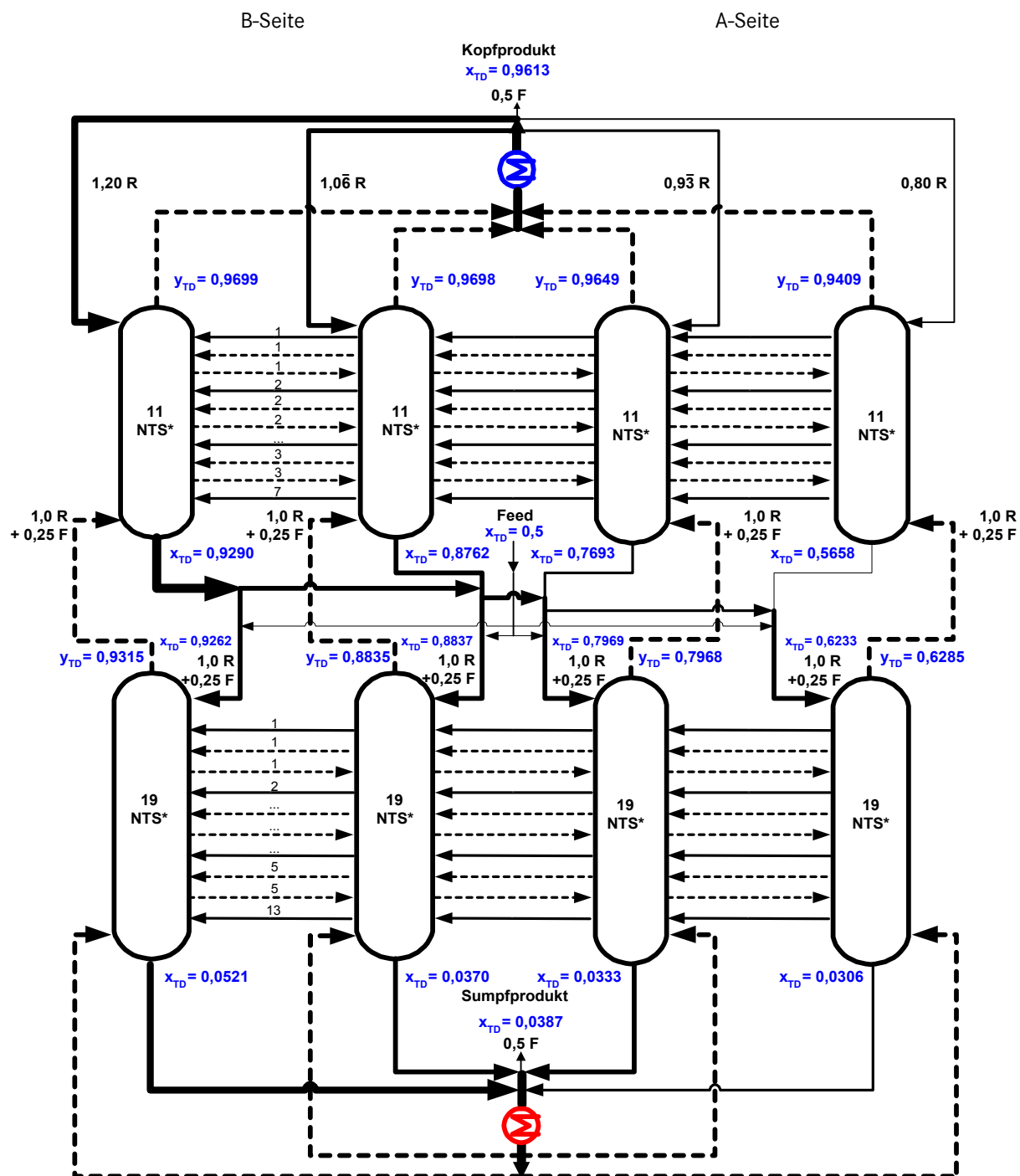


Abbildung 5-7: wie Abbildung 5-6, aber für das Betriebsregime „Ausgleich“

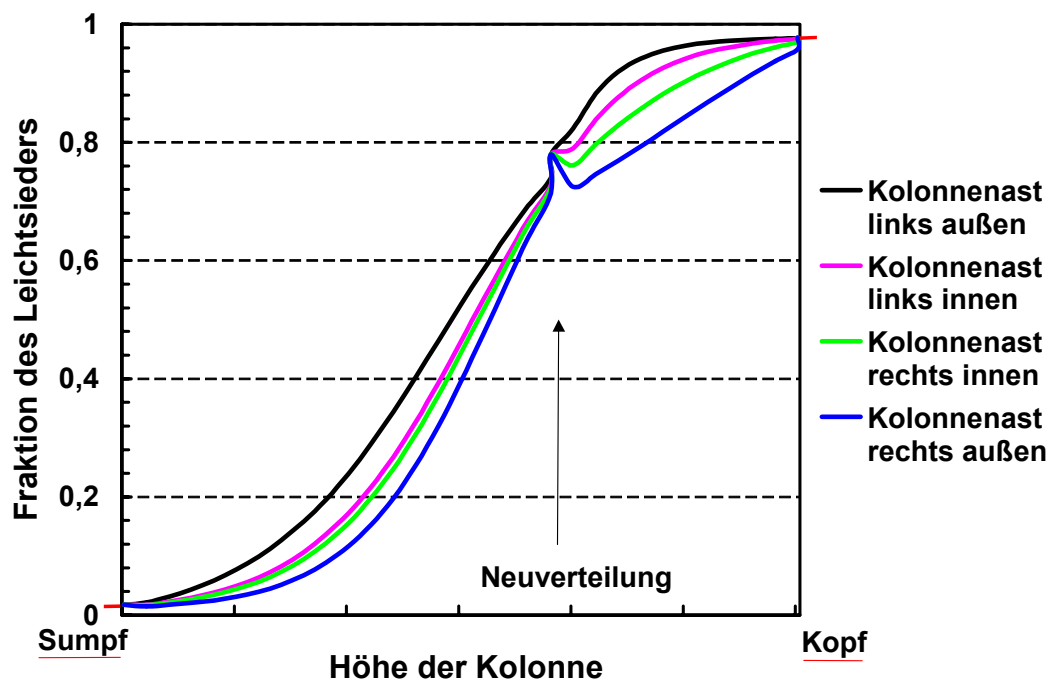


Abbildung 5-8: Berechnete Konzentrationsprofile in der Flüssigkeit für verschiedene Kolonnenäste, Beispiel für das Betriebsregime „Mischung“ (Abbildung 5-6)

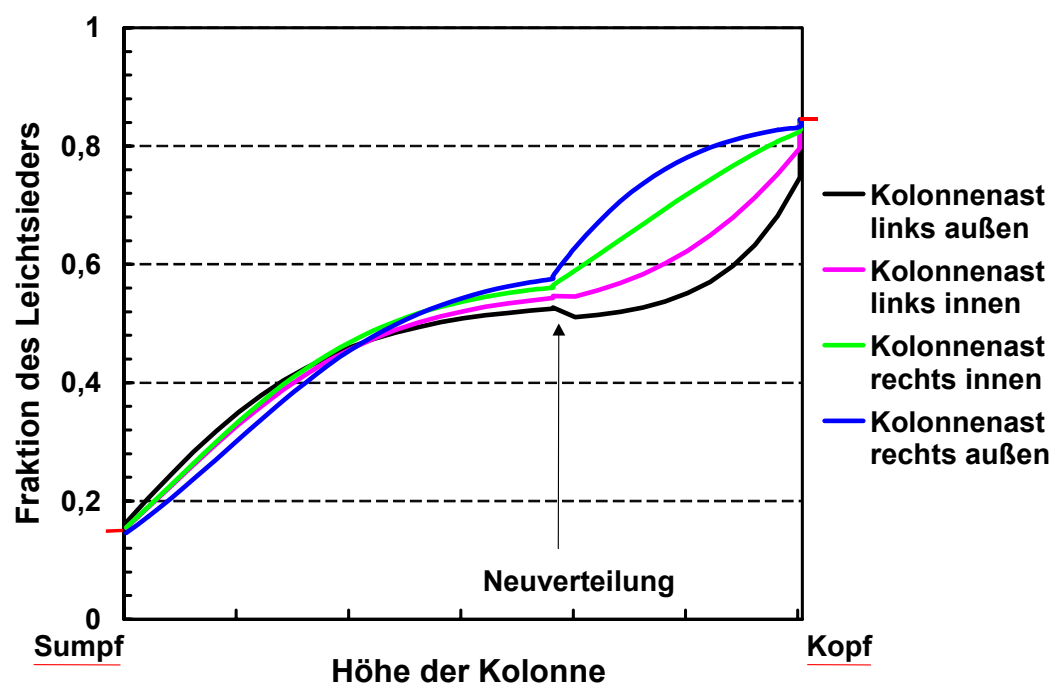


Abbildung 5-9: Berechnete Konzentrationsprofile in der Flüssigkeit für verschiedene Kolonnenäste, für das Betriebsregime „Ausgleich“ und den besonderen Fall, dass das resultierende Rücklaufverhältnis r ($= 4,8$) nahe am minimalen Rücklauf r_{\min} ist ($r/r_{\min} = 1,1$) und die Maldistribution $\lambda = 0,22$ beträgt

Eine Vorstellung über die Konzentrationsprofile der einzelnen Teilkolonnen vermittelt **Abbildung 5–8**. Die Darstellung der Konzentrationszusammensetzung der Flüssigkeit erfolgt über die Höhe der Teilkolonne.

Die **Abbildung 5–9** zeigt die Ergebnisse einer Simulation mit besonders kleinem Rücklaufverhältnis. In diesem Fall, ist das resultierende Rücklaufverhältnis r nicht 300 sondern 4,8 und damit nahe am minimalen Rücklauf r_{min} , denn r/r_{min} ist gleich 1,1.

In der **Abbildung 5–10** ist der Vergleich von Rechnung und Messung hinsichtlich der Trennleistung der Kolonne als Funktion der aufgeprägten Maldistribution zu sehen. Dargestellt sind vier Modellvarianten für das Betriebsregime „Ausgleich“. Diese unterscheiden sich dadurch, dass:

- die natürliche Ungleichverteilung eine aufgeprägte Maldistribution verstärkt (schwarze Kurve) oder abschwächt (pro- bzw. contra-wirkende horizontale Querströme der flüssigen Phase)
- die Stärke der natürlichen Ungleichverteilung in der oberen Packungssektion konstant ist oder proportional mit der aufgeprägten Maldistribution variiert (braune und rote Kurve)
- die Rücklaufflüssigkeit vor dem hydraulischen Ausgleich nicht oder partiell (jeweils auf der A- und B-Seite) gemischt wird, d.h. bei einer Modellvariante (orange Kurve) wird die Rücklaufflüssigkeit von je zwei Kolonnenästen zusammengefasst und bewusst gemischt. Die anderen Varianten vermeiden hingegen einen gezielten Konzentrationsausgleich.
- die Stärke der dampfseitigen Quervermischung in einem Fall 10-mal größer ist (braune Kurve)

Zu erkennen ist die auch in den Messungen ermittelte Abnahme der Trennleistung mit zunehmender Maldistribution. Die beste Annäherung an die realen Verhältnisse wird erreicht, wenn die horizontalen Querströme der flüssigen Phase die aufgeprägte Maldistribution abschwächen und ihre Stärke proportional mit der Maldistribution variiert und die Stärke der dampfseitigen Quervermischung deutlich vergrößert wird (braune Kurve). Im Vergleich dazu sind in **Abbildung 5–11** die Ergebnisse der Rechnung und Messung für das Betriebsregime „Mischung“ zusammengestellt. In diesem Diagramm werden den experimentellen Ergebnissen drei Modellvarianten gegenübergestellt, denen ein vollständiger Konzentrationsausgleich zu Grunde liegt. Diese unterscheiden sich andererseits dadurch, dass:

- die natürliche Ungleichverteilung eine aufgeprägte Maldistribution verstärkt (schwarze Kurve) oder abschwächt (pro- bzw. contra-wirkende horizontale Querströme der flüssigen Phase)
- die Stärke der natürlichen Ungleichverteilung in der oberen Packungssektion konstant ist oder proportional mit der aufgeprägten Maldistribution variiert (blaue Kurve)

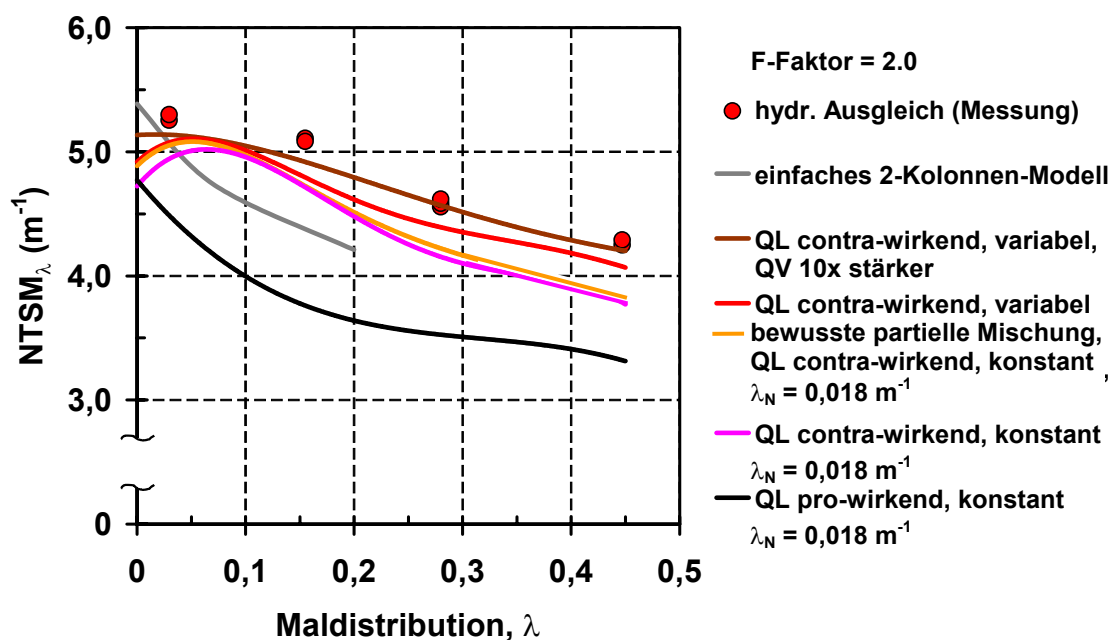


Abbildung 5-10: Vergleich von Rechnung und Messung hinsichtlich der Trennleistung der Kolonne als Funktion der aufgetragten Maldistribution für das Betriebsregime „Ausgleich“

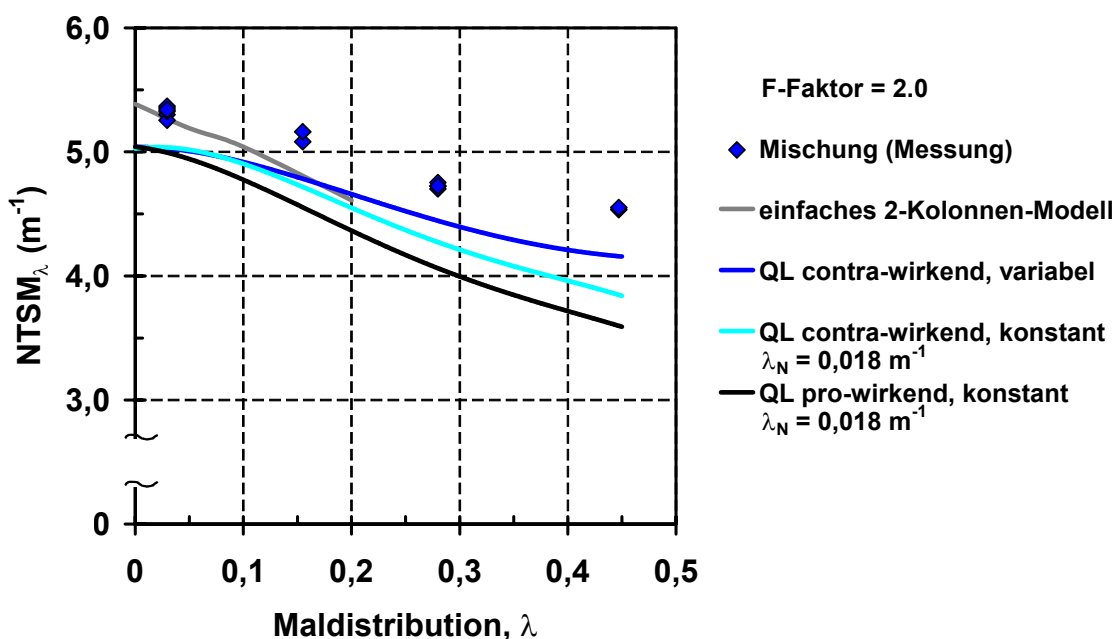


Abbildung 5-11: Vergleich von Rechnung und Messung hinsichtlich der Trennleistung der Kolonne als Funktion der aufgetragten Maldistribution für das Betriebsregime „Mischung“

Aus dem Vergleich von Messung und Rechnung lässt sich ableiten, dass Packungen ein von der Stärke der Maldistribution abhängiges Verhalten aufweisen. Ungleichverteilungen in der flüssigen Phase werden mit zunehmender Maldistribution stärker abgebaut. Dies erklärt,

warum die Kurven, die auf ein gleichbleibendes Verhalten der Packung beruhen, mit zunehmender Maldistribution von den Messergebnissen deutlicher abweichen.

Hieraus folgt die Idee, die maximal erreichbare Trennleistung so zu erhöhen, dass bei aufgeprägter Gleichverteilung und natürlicher Ungleichverteilung der Flüssigkeit etwa 5,39 NTSM erzielt werden.

Will man die bei einer aufgeprägten Gleichverteilung in der oberen Packungssektion gemessene natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit in der Größenordnung von $\lambda_N \approx 0,025$ pro m Packungshöhe (vgl. **Abbildung 4–20**) berücksichtigen, erweitert man im Vier-Kolonnen-Modell die oberen Teilkolonnen um einen theoretischen Boden und die unteren dementsprechend um zwei theoretische Böden (also total 33 NTS*). Die Auswirkung auf die berechnete Trennleistung geben **Abbildung 5–12** und **Abbildung 5–13** zu erkennen. In beiden Darstellungen zeigt sich eine verbesserte Übereinstimmung der theoretischen und experimentellen Ergebnissen. Wie die Berechnungen zeigen, entspricht im Fall von $\lambda = 0$ und $\lambda_N \approx 0,025$ pro m Packungshöhe die Trennleistung der 33 theoretischen Böden etwa 30 NTS*.

Die Erkenntnis hier ist, dass ohne natürliche Ungleichverteilung und aufgeprägter Maldistribution mit der Testpackung theoretisch 5,92 NTSM erreichbar sind, statt wie gemessen 5,39 NTSM.

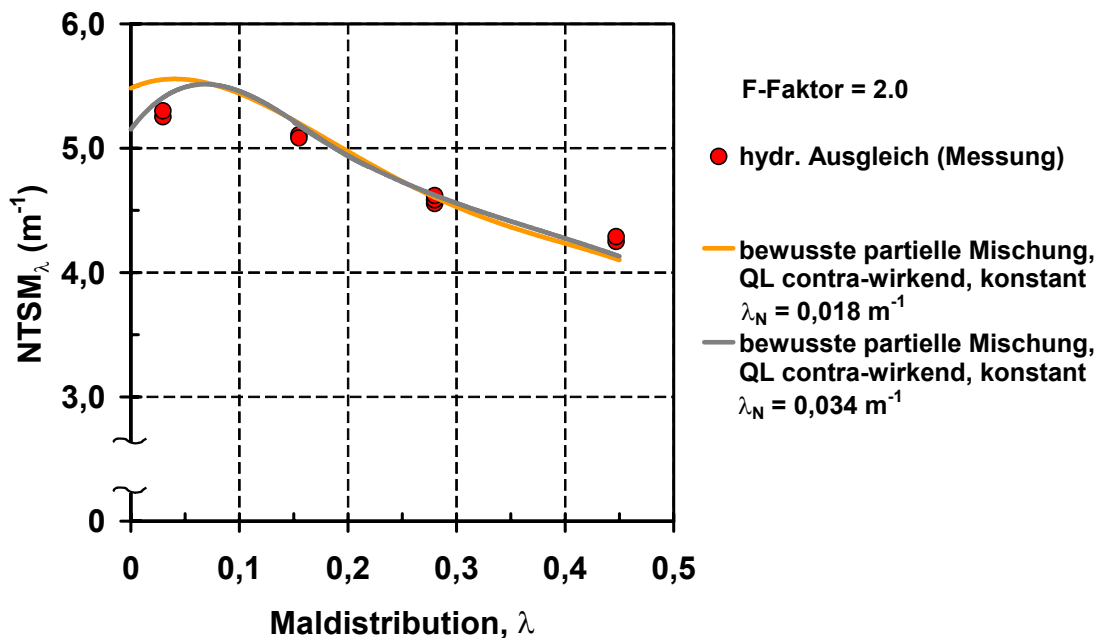


Abbildung 5–12: wie **Abbildung 5–10**, aber für 33 theoretische Böden (33 NTS*)

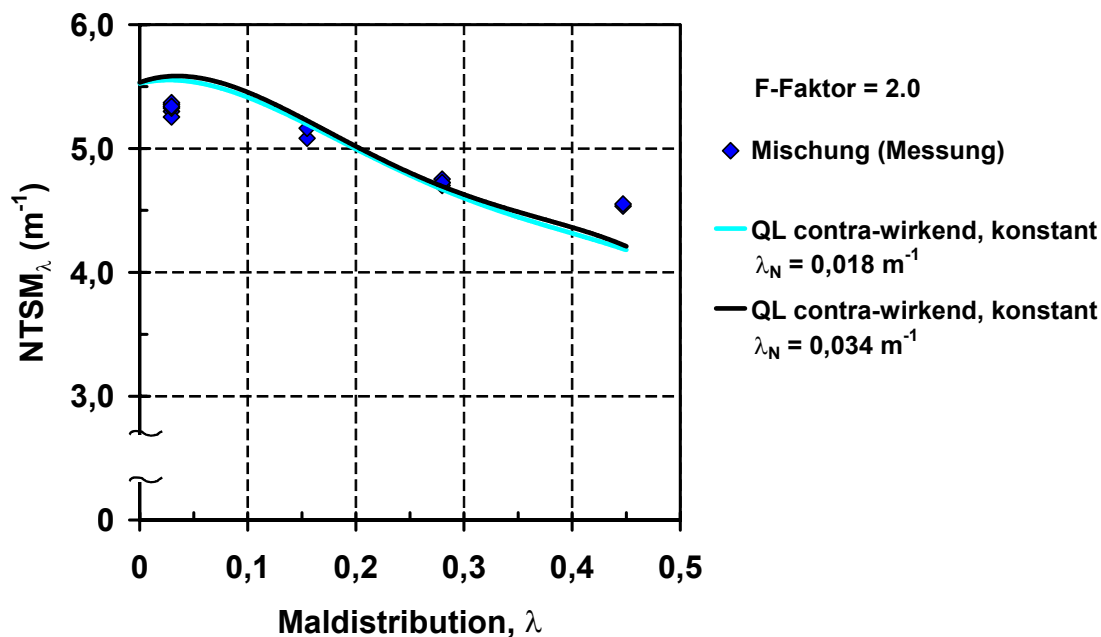


Abbildung 5-13: wie Abbildung 5-12, aber für das Betriebsregime „Mischung“

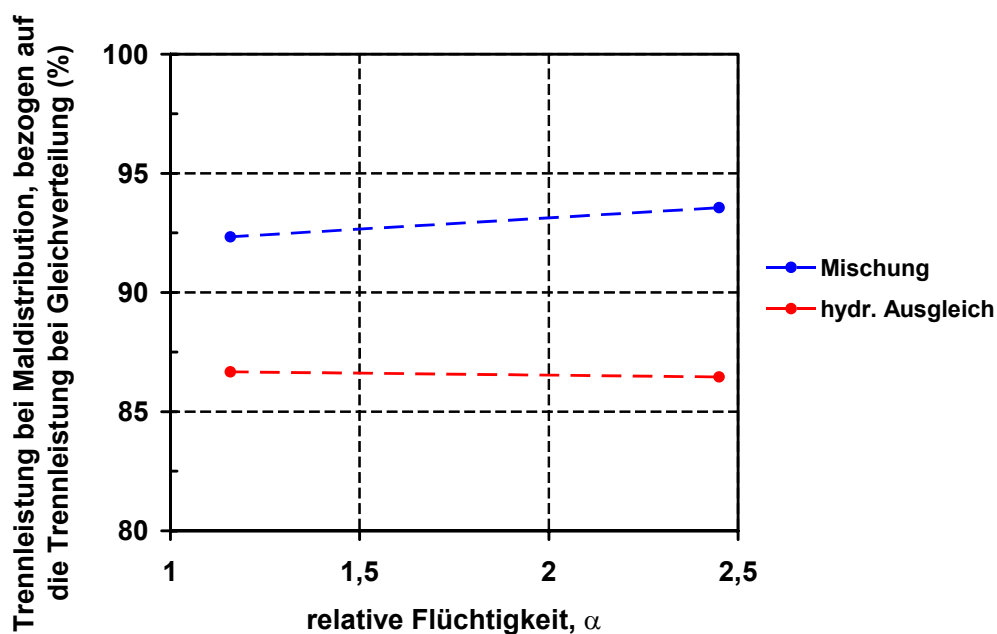


Abbildung 5-14: Abhängigkeit des Trennleistungsunterschiedes zwischen „Mischung“ und „Ausgleich“ von der relativen Flüchtigkeit
 Beispielrechnung für Chlorbenzol/ Ethylbenzol mit kleiner relativen Flüchtigkeit ($\alpha \approx 1,16$) und für das Stoffsystem Benzol/Toluol mit großer relativen Flüchtigkeit ($\alpha \approx 2,45$) bei erheblicher Maldistribution ($\lambda = 0,15$)

Die **Abbildung 5–14** zeigt Ergebnisse weiterer Simulationsrechnungen, aus denen man ableiten kann, dass der Unterschied in der Trennleistung zwischen Mischen und hydraulischen Ausgleich mit steigender relativer Flüchtigkeit zunimmt.

5.3 Bewertung der Ergebnisse

Die Simulation mit dem modifizierten Vier-Kolonnen-Modell erlaubt es, den Stoffaustausch für unterschiedliche Flüssigkeitsverteilungen und Betriebsregime in einer Füllkörperkolonne hinreichend zu beschreiben. Man erhält jedoch noch nicht eine vollständige Übereinstimmung von Simulation und Messung, ein Verbesserungspotential besteht immer noch.

Die Ergebnisse zeigen, dass auf gleicher Kolonnenhöhe Bereiche existieren, die mit der normalen, d.h. durchschnittlichen Flüssigkeitsmenge beaufschlagt werden, sich aber durch ihre Gemischzusammensetzung unterscheiden. Aus dem Vergleich der experimentellen und berechneten Daten kann abgeleitet werden, dass sich die Gemischzusammensetzung auf gleicher Kolonnenhöhe stetig ändert.

Der Einfluss der Stoffdaten wurde weitest gehend nur für das verwendete Stoffsystem (trans-/cis-Dekalin) untersucht, so dass die Übertragung von Ergebnissen auf andere Stoffsysteme zu überprüfen ist und sich hier ein Ansatzpunkt für weitere Untersuchungen ergibt.

6 Vorschläge für neuen Flüssigkeitsverteiler

Wenn an Stelle eines konventionellen Flüssigkeitsverteilers ein flacher Zwischenverteiler ohne vollständigen Konzentrationsausgleich verwendet wird, gewinnt man dadurch Platz für zusätzliche Packungslagen. Somit kann angenommen werden, dass mit dem Betriebsregime „Ausgleich“ noch eine Leistungssteigerung erzielt werden kann. Es wird deshalb vorgeschlagen den Zwischenverteiler so zu gestalten, dass der Flüssigkeitssammler, der Gas- bzw. Dampfverteiler und der Flüssigkeitsverteiler miteinander kombiniert sind.

Die von einem modifizierten Sammler aufgefangene Rücklaufflüssigkeit wird nicht zum Zwecke eines Ausgleichs der Zusammensetzung gezielt zusammengeführt und intensiv gemischt, sondern unmittelbar im Sammler gleichmäßig verteilt, so dass ein hydraulischer Ausgleich realisiert wird.

Die Intensität der Ausgleichströmungen und die Menge der am hydraulischen Ausgleich beteiligten Flüssigkeit wird durch die fluiddynamische Ungleichverteilung am Ende der über dem Sammler-Verteiler-Vorrichtung befindlichen Packungssektion beeinflusst. Die notwendigen Ausgleichströmungen sind weit geringer als die Strömungen in bisherigen Sammler-Verteiler-Konstruktionen. Die Vorrichtung verfügt über Strömungserleger, welche die horizontalen Ausgleichströmungen derart führen, dass diese keinen störenden Einfluss auf die Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit ausüben können. Die Vorrichtung ist so gestaltet, dass die Flüssigkeit vorzugsweise direkt von der Auffangstelle zur nächstliegenden Tropfstelle mit geringer Strömungsgeschwindigkeit fließt.

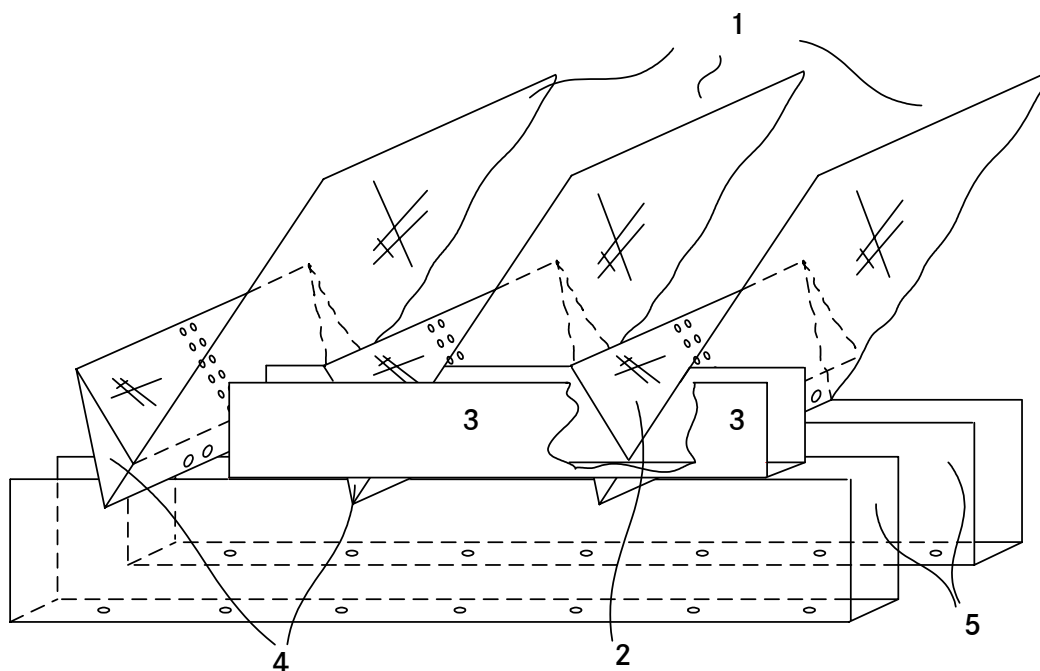


Abbildung 6-1: Designkonzept einer kompakten Sammler-Verteiler-Vorrichtung

Abbildung 6–1 zeigt den Ausschnitt einer kompakten Sammler-Verteiler-Vorrichtung, die sich zusammensetzt aus einer Art Lamellensammler **1** mit integrierten Nebenkanälen **4** und mit einem Ringkanal **3** sowie einem darunter angeordneten Verteiler-Ausflusssystem **5**. Die Hauptkanäle **2** des Lamellensammlers sind horizontal parallel zueinander angeordnet, sie variieren in der Länge, so dass sie bis an den Ringkanal, der an der inneren Seite des Kolonnenschusses angeordnet ist, heranreichen. Alle Hauptkanäle des Sammlers sind dadurch an den Ringkanal angeschlossen und auf diese Weise über ihn miteinander kommunizierend verbunden. Der Ringkanal ermöglicht die Angleichung der Flüssigkeitsmengen in allen Hauptkanälen auf ein Niveau.

In einer aus der vorliegenden Arbeit hervorgegangenen Patentanmeldung [53] werden ähnliche Zwischenverteiler beschrieben, mit denen man das Konzept des hydraulischen Ausgleichs ohne vollständigen Konzentrationsausgleich verwirklichen kann.

Einige der erwarteten Vorteile der neuen Sammler-Verteiler-Vorrichtung gegenüber herkömmlichen Zwischenverteiler sind folgende Punkte:

- Sehr homogene fluiddynamische Flüssigkeitsaufgabe bei hoher Verteilgüte durch Reduzierung unnötiger Strömungsturbulenzen erreichbar
- Hohe Tropfstellendichte bei kleiner Bauhöhe realisierbar
- Verringerung des stationären Flüssigkeitsinhalts (Holdup) gegenüber einer konventionellen Sammler-Verteiler-Vorrichtung durch eine kleinere Anzahl von Verteilerstufen
- Starke Reduzierung des unnötigen und störend wirkenden horizontalen Flüssigkeitstransports; Verringerung der Flüssigkeitsmenge, welche die Tropfstellen in der Kolonnenmitte erst passieren muss, um zu den äußeren Tropfstellen zu gelangen. Dadurch sind kleinere Kanalbreiten für die Verteilerkanäle ausführbar.
- Günstiges Lastwechselverhalten durch kurze Verweilzeit der Flüssigkeit in der Sammler-Verteiler-Vorrichtung bedingt durch die Verringerung des stationären Flüssigkeitsinhalts [31]
- Verringerung des Gesamtgewichts, der Summe aus Sammler- und Verteilergewicht und Gewicht des jeweiligen Flüssigkeitsinhalts
- Die Trennstufenzahl in bestehenden Kolonnen kann nachträglich erhöht werden, wenn die Möglichkeit des Einbaus zusätzlicher Packungen nach dem Ersetzen der konventionellen Sammler-Verteiler-Vorrichtung durch eine neuartige gemäß dem Vorschlag genutzt wird.

Experimentelle Untersuchungen zur Strömung im neuartigen Flüssigkeitsverteiler waren innerhalb dieses Projektes nicht geplant. Für die Messungen wurde ein modifizierter herkömmlicher Verteiler verwendet. Dennoch lässt sich ausgehend von **Abbildung 2–12**, **Abbildung 6–2** und den Schlussfolgerungen in Kapitel 2.3 sowie den Ergebnissen der experimentellen Untersuchung (vgl. **Abbildung 4–33**) die Leistungsfähigkeit eines solchen Verteilers abschätzen. Unter der Annahme, dass der neuartige Zwischenverteiler eine Höhen-

ersparnis von 0,5 m ermöglicht, bietet sich die Chance für zusätzliche Packungslagen oder auf eine Vergrößerung der Stauhöhe, wodurch sich die vom Zwischenverteiler verursachte Maldistribution λ_r erheblich verringert. Beide Maßnahmen haben zur Folge, dass der fehlende vollständige Konzentrationsausgleich kompensiert wird.

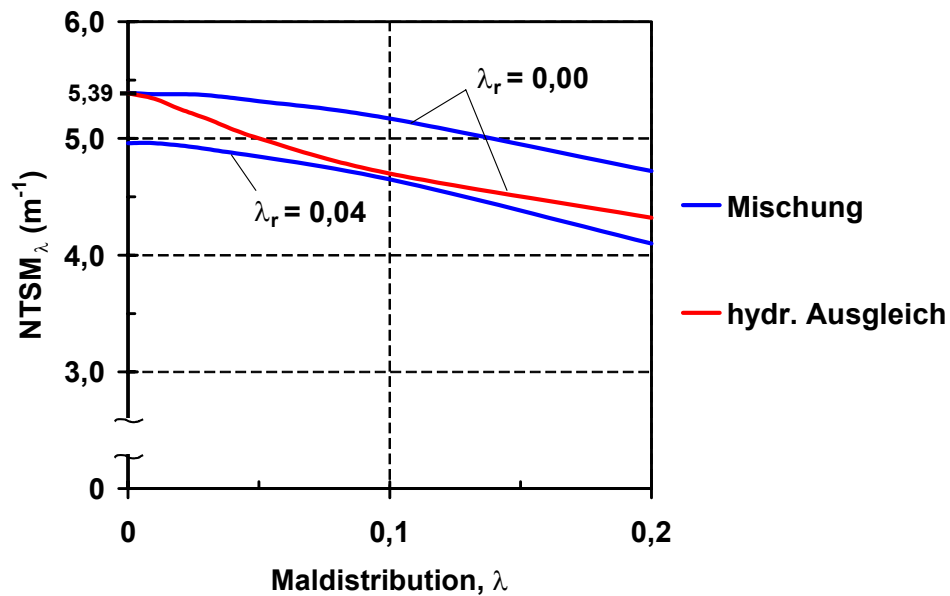


Abbildung 6-2: Vergleich der simulierten Betriebsregime „Mischung“ und „Ausgleich“ hinsichtlich der Trennleistung als Funktion der aufgeprägten Maldistribution λ einerseits und der Maldistribution λ_r hervorgerufen durch den Zwischenverteiler selbst andererseits anhand des einfachen Zwei-Kolonnen-Modells

7 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Untersuchung war durch die Fa. Sulzer Chemtech motiviert. In einem Gespräch am Rande einer GVC-Tagung in Wiesbaden beklagte man sich über die Probleme mit den großen Bauhöhen der Verteiler. Bekräftigt wurde der Wille nach einer Problemlösung durch die anschließende Veröffentlichung von EIDEN [8]. Er stellte die wesentlichen Kriterien für eine kostengünstige Gesamtlösung zur Einbautenauswahl bei der Rektifikation vor. In seiner Veröffentlichung erklärt er den bedeutenden Einfluss der Bauhöhe von Kolonnen-einbauten, insbesondere der Flüssigkeitsverteiler, auf die Investitions- und Betriebskosten. Eine Reduzierung der Verteilerhöhe, die durch die Konzentrationsausgleichs- und Verteilgüte bestimmt ist, würde demnach erhebliche wirtschaftliche Vorteile bringen.

Es stellte sich die Frage, ob es nicht auch Flüssigkeitsverteiler geben kann, die bei der Erfüllung der Verteilungsaufgabe eine sehr geringe Bauhöhe beanspruchen, ohne eine Verringerung der Trennleistung der Kolonne zu verursachen.

Nach Analyse der gängigen herkömmlichen Verteilerbauformen und -funktionsweisen wird eine in der Literatur und Praxis bislang so nicht diskutierte Verteilerkonfiguration vorgeschlagen, wodurch die Höhe eines Zwischenverteilers um mindestens ein Viertel gesenkt werden könnte. Außerdem ist im Rahmen dieser Arbeit ein Modell entwickelt worden, um die Wirkung auf die Trennleistung abschätzen zu können. Das Modell kann zur numerischen Simulation der Neuverteilung von Rücklaufflüssigkeit unter Berücksichtigung der Maldistribution und deren Einfluss auf die Trennleistung einer Packungskolonne genutzt werden. Bei den Untersuchungen galt das besondere Interesse der Bedeutung des Konzentrationsausgleichs im Zwischenverteiler vor der gleichmäßigen Flüssigkeitsaufgabe.

Ausgehend vom Zwei-Kolonnen-Modell ist durch systematische Berechnungen verschiedener Kolonnenkonfigurationen mit Hilfe der numerischen Simulation ein Vier-Kolonnen-Modell entwickelt worden, das es in dieser Form bisher noch nicht gegeben hat. Im Gegensatz zu den bekannten Berechnungsansätzen berücksichtigt das verwendete Modell die Wirksamkeit von realen Vorrichtungen zum Sammeln und Verteilen von Rücklaufflüssigkeit.

Mit den Kenntnissen aus der numerischen Simulation wurde ein Konzept für eine Versuchsanlage vorgeschlagen und realisiert. Die Überprüfung des Simulationsmodells erfolgte anhand ausgewählter Betriebspunkte.

Vergleiche von simulierter mit gemessener Stofftrennung zeigen eine gute Übereinstimmung. Die Ergebnisse lassen erkennen, dass einfache Querströme durchaus dafür geeignet sind, um in einem Kolonnenmodell gasseitige Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung zu simulieren.

Wie vermutet hat sich herausgestellt, dass der hydraulische Ausgleich sehr viel wichtiger ist als der Konzentrationsausgleich. Damit ist die Bedeutung des vollständigen Konzentrationsausgleichs in der Rücklaufflüssigkeit vor der Neuverteilung durch den Zwischenverteiler gegenüber einem hydraulischen Ausgleich geringer als bislang angenommen.

Die Arbeit enthält zudem quantitative Aussagen zur Auswirkung eines Verzichtes auf Konzentrationsausgleich. Numerische und experimentelle Ergebnisse belegen, dass der Unterschied zwischen „Mischung“ und „Ausgleich“ in der Trennleistung mit steigender aufgeprägter Maldistribution zunimmt, hinsichtlich des Trennleistungsverlustes bezogen auf den Fall der hydraulischen Gleichverteilung dagegen nachlässt. Die Ergebnisse der numerischen Simulation zeigen außerdem, dass der Unterschied in der erzielbaren Anzahl an theoretischen Trennstufen mit steigender Trennstufenzahl in der Packungssektion und wachsender relativer Flüchtigkeit zunimmt.

Die Analyse mündet in eine Konzeption für einen völlig neuartigen Flüssigkeitsverteiler. Diese Konzeption begünstigt den hydraulischen Ausgleich und vernachlässigt den Konzentrationsausgleich im Verteiler. Die Flüssigkeitsverteiler in der explorativen Studie zeichnen sich durch eine vergleichsweise geringe Bauhöhe bzw. eine verbesserte hydraulische Flüssigkeitsverteilung aus. Eine quantitative Aussage zur erreichbaren Gleichmäßigkeit des Ausflusses oder der Vergleich mit einem konventionellen Zwischenverteiler, z.B. mit Hilfe dimensionsloser Kennzahlen, ist allerdings ohne experimentelle Untersuchung oder numerischer Strömungssimulation nur schwer möglich. Jedoch lässt sich anhand charakteristischer Verteilergeometrien und Messergebnisse eine Abschätzung zum Potenzial eines Zwischenvertailers ohne gezielten vollständigen Konzentrationsausgleich durchführen. Diese Abschätzung ergab, dass sich mit einer Verringerung der Zwischenverteilerbauhöhe um 0,5 m technische Möglichkeiten eröffnen, die den fehlenden vollständigen Konzentrationsausgleich auch bei starker Maldistribution kompensieren. Die sich ergebenden Möglichkeiten sind einerseits eine größere Stauhöhe und damit die Vorzüge einer gleichmäßigeren Anfangsverteilung (vgl. **Abbildung 2–12** und **Abbildung 6–2**) oder andererseits der Einbau zusätzlicher Packungslagen (vgl. **Abbildung 4–33**).

In welchen Fällen sich der Einsatz eines solchen Vertailers gegenüber einer herkömmlichen Sammler-Verteiler-Vorrichtung anbietet, lässt sich in dieser Arbeit ebenfalls nur abschätzen. Da kein Verteiler gebaut wurde, konnte bislang kein klares Auswahlkriterium durch Messungen bestimmt werden. Die neue Verteilerkonzeption sollte zunächst dort Eingang in die Praxis finden, wo Packungen wie die MellapakPlus 752.Y eine starke Dampfquervermischung ermöglichen bzw. Sammler-Verteiler-Böden eingesetzt werden. Letztere sind derzeit vor allem dann im Einsatz, wenn der verbleibende Zwischenraum zwischen zwei gepackten Sektionen einer Kolonne stark eingeschränkt ist oder die Kolonne für spezielle Anwendungen (Absorption, Raffinerie) oder Bedingungen (hohe Flüssigkeitsbelastungen) ausgelegt werden soll [51]. Ferner ist zu erwarten, dass es in der Praxis Fälle geben wird, bei denen Anlagen an die Grenzen ihrer Leistungsfähigkeit stoßen und der Austausch der Zwischenverteiler Raum für zusätzliche Packungslagen bietet. Langzeit-Betriebserfahrungen werden Hinweise auf weitere Einsatzgebiete und notwendige Modifikationen bringen.

Des weiteren erbrachte die Arbeit folgende weitere wesentliche Erkenntnisse:

- Die Arbeit weist nach, dass in Abhängigkeit vom Betriebszustand ein vollständiger Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit durch ein radial ausgeglicheneres dampfseitiges Konzentrationsprofil die Trennleistung der

oberen Packungssektion erkennbar erhöht. Demgegenüber ist die Trennleistung der unteren Packungssektion nur wenig besser, als beim Betriebsregime „Ausgleich“.

- Die Messergebnisse belegen, dass entgegen der bisherigen Auffassung ein konventioneller Zwischenverteiler in einer Kolonne dieser Größenordnung keinen vollständigen Konzentrationsausgleich vor der Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit garantiert.
- Die Analyse belegt, dass die erforderliche Güte der Neuverteilung, durch die Lage innerhalb der Kolonne bestimmt wird. Je nachdem in welcher Höhe der Zwischenverteiler eingebaut ist, ergibt sich durch den Verlauf der Betriebskurve zur Gleichgewichtskurve eine Empfindlichkeit der Trennleistung auf Maldistribution.

Aufgrund der Komplexität der Thematik bleiben trotz der neuen Erkenntnisse einige der ursprünglichen Fragen unbeantwortet und werden durch neue Fragestellungen erweitert:

- Wie sollten Flüssigkeitsverteiler beschaffen sein, z.B. in Abhängigkeit von der Trennaufgabe und der Packung ?
- Wie unterschiedlich dürfen Flüssigkeitsverteiler in einer Kolonne sein ?
- Lässt sich die „natürliche Ungleichverteilung“ von Packungen quantitativ beschreiben und wie kann sie für Packungen oder für Randpartien experimentell bestimmt werden ?
- Gibt es signifikante Unterschiede zwischen verschiedenen Packungen ?
- Ergeben sich dadurch unterschiedliche maximale Betthöhen ?
- Ergeben sich Hinweise auf mögliche Verbesserungen von Packungs-Strukturen ?

Nachfolgende Untersuchungen sollten Trennaufgaben berücksichtigen, bei denen das Gleichgewichtsstufenmodell nicht anwendbar ist, wenn also z.B.

- der Stoffübergang mit einer gleichzeitig ablaufenden Reaktion gekoppelt ist und daher ein lokales thermodynamisches Gleichgewicht in der Packung nicht einmal annähernd erreicht wird
- die fluid- und thermodynamisch kontrollierten Transportvorgänge gekoppelt sind, z.B. im Falle wesentlicher Unterschiede von Verdampfungsenthalpien der Komponenten eines Stoffgemisches

Neue Ideen, neue Problemlösungen und verbesserte Verfahrenstechnik werden an dieser Stelle gebraucht. Die Ergebnisse dieser Arbeit und die neuen Fragestellungen, die sich aus den Untersuchungen ergeben, bieten Hinweise, wie noch effizientere Kolonnen entwickelt und die Folgen der Maldistribution noch mehr eingeschränkt werden können.

Anhang

Im Anhang befinden sich Anmerkungen zur numerischen Simulation und Varianten weiterer Modelle zur Berechnung der Trennleistung, welche im Text nicht gesondert aufgeführt wurden. Die Daten sind überwiegend in graphischer Form dargestellt.

Anmerkungen zum Programm

Die Berechnungen der Dampf- und Flüssigkeitsgleichgewichte erfolgt mit Hilfe von k -Werten. Der k -Wert einer Komponente k_i ist definiert als molarer Anteil der Komponente im Dampf y_i dividiert durch den molarer Anteil der Komponente in der Flüssigkeit x_i

$$k_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (\text{A-1})$$

Die k -Werte für die Phasengleichgewichte ergeben sich aus fundamentalen thermodynamischen Beziehungen entsprechend der Fugazität der im Gemisch vorhandenen Komponenten. Die Berechnungen der k -Werte erfolgen mit der „Ideal Methode“ (IDEAL) über die Beziehung

$$k_i = \frac{p_i^V}{p_{\text{System}}} \quad (\text{A-2})$$

Hierbei ist p_i^V der Dampfdruck der Komponente i bei der Systemtemperatur und p_{System} der Druck im System.

Die Enthalpie der Flüssigkeitsgemisches ergibt sich aus der Enthalpie der reinen flüssigen Komponenten. Die korrespondierende Enthalpie der Dampfphase erhält man durch Berücksichtigung der bekannten Verdampfungswärme der Komponente bei jeweiliger Systemtemperatur.

Anmerkung zur Wahl des Rücklaufverhältnisses

Die Wahl des Rücklaufverhältnisses erfolgte in Hinblick auf einen kleinen Fehler und eine hohe Rechengeschwindigkeit.

Das Programm erlaubt maximal ein Rücklaufverhältnis r von 6000. Vergleichende Berechnungen in Bezug auf die erzielbare Anzahl der theoretischen Stufen pro Meter zeigen, dass für den Fall der aufgeprägten Gleichverteilung im Bereich $300 < r < 6000$ Konvergenz vorliegt. Wird hingegen aufgeprägte Maldistribution simuliert, dann ergeben sich voneinander abweichende Ergebnisse. Die Größe der Abweichung hängt dabei von der Stärke der aufgeprägten Maldistribution ab. Im ungünstigsten Fall ($r = 300$, $\lambda = 0,45$) ist der relative Fehler $< 1,8 \%$.

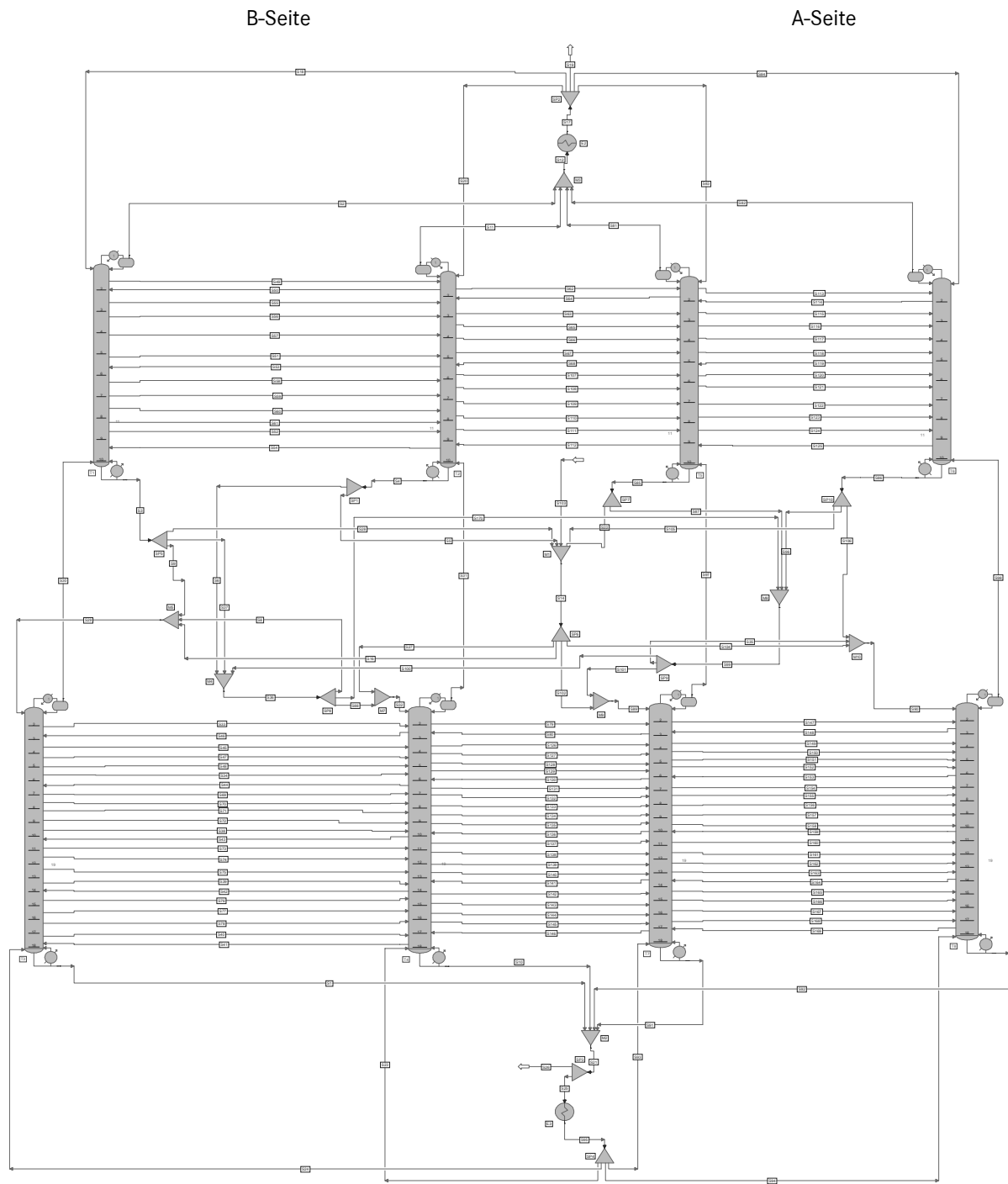


Abbildung A-1: Prozessfließbild für das Vier-Kolonnen-Modell

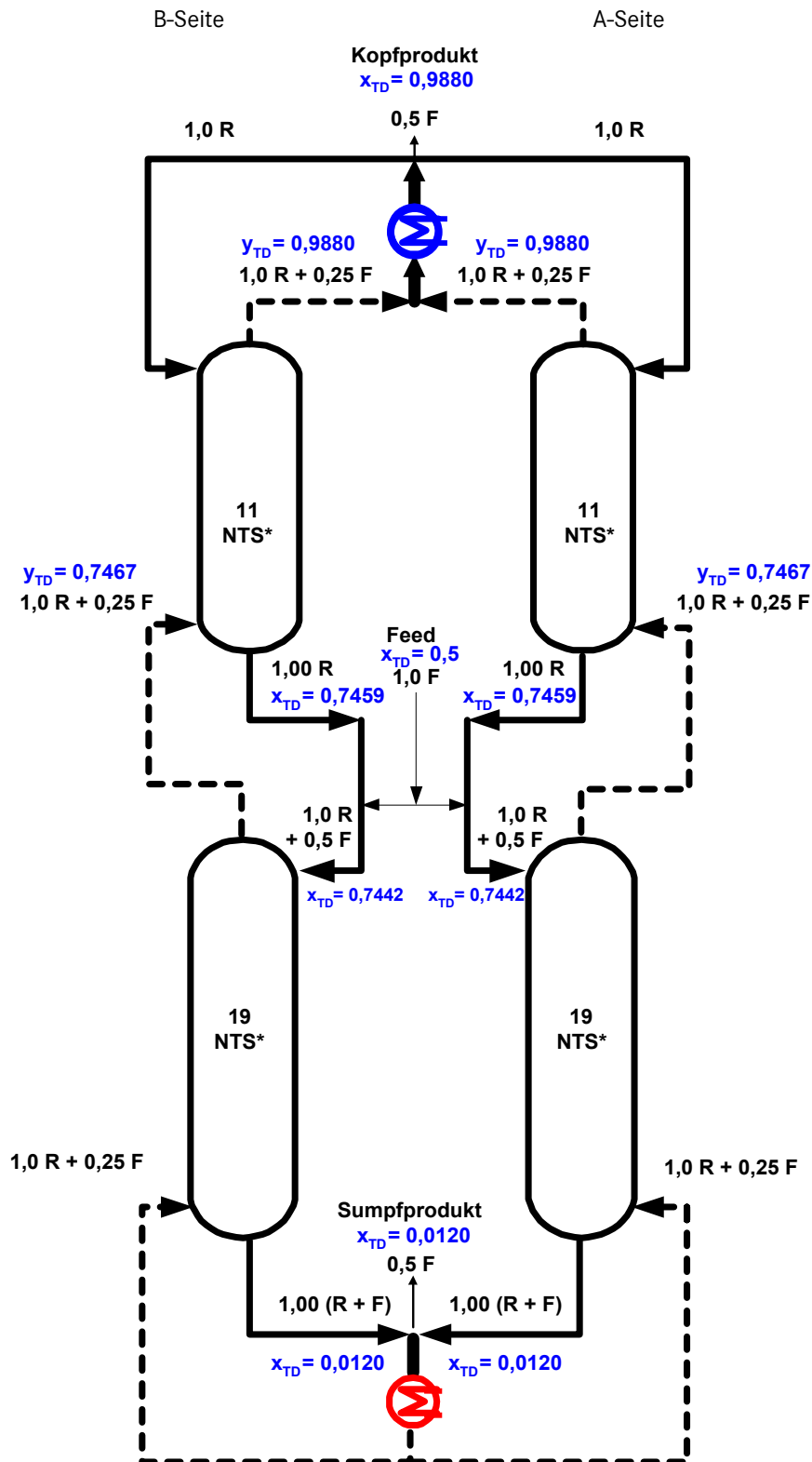


Abbildung A-2: Einfaches Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Ausgleich“ für den Fall der aufgeprägten Gleichverteilung ($\lambda = 0$)

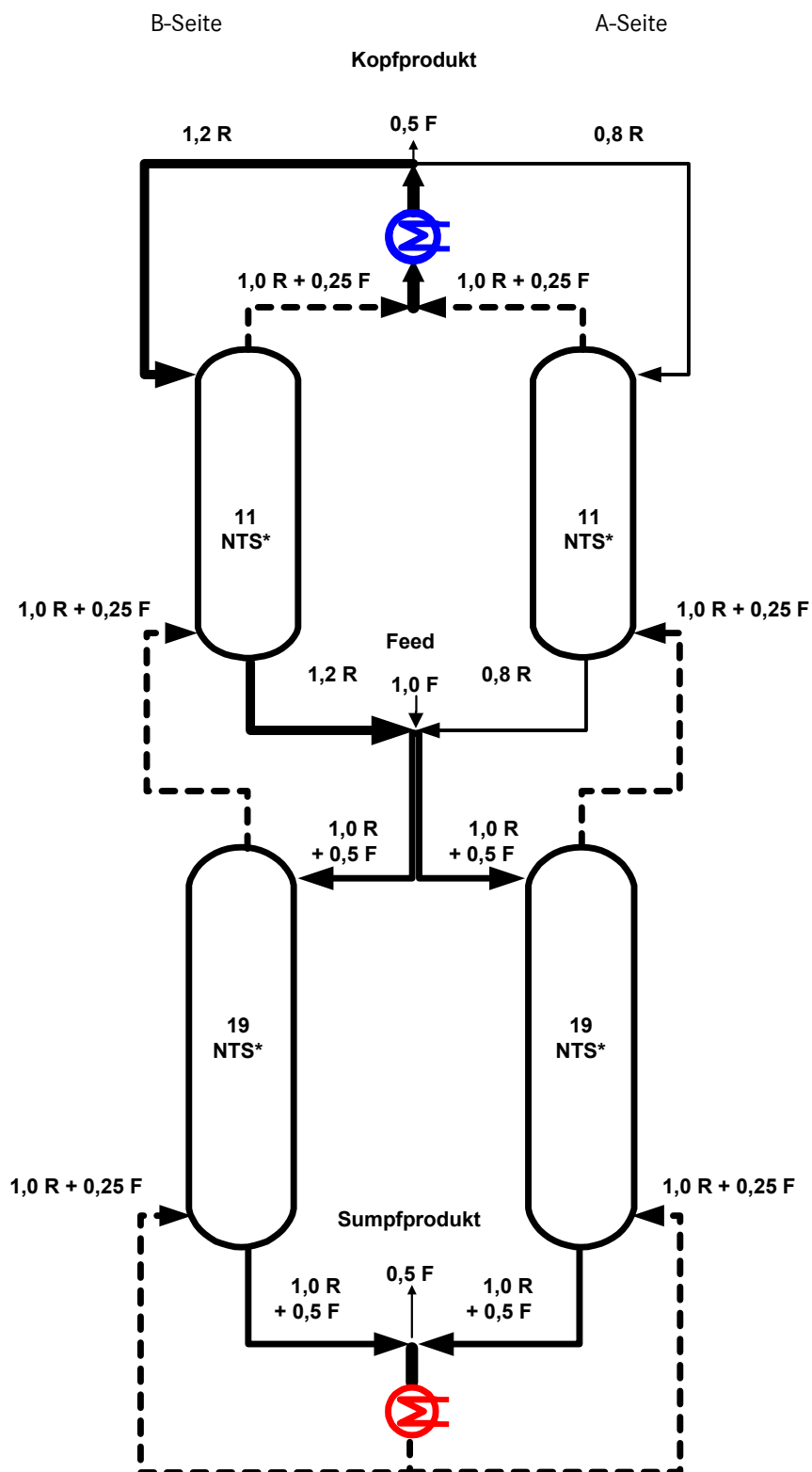


Abbildung A-3: Einfaches Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“, für den Fall der aufgeprägten Maldistribution ($\lambda = 0,2$)

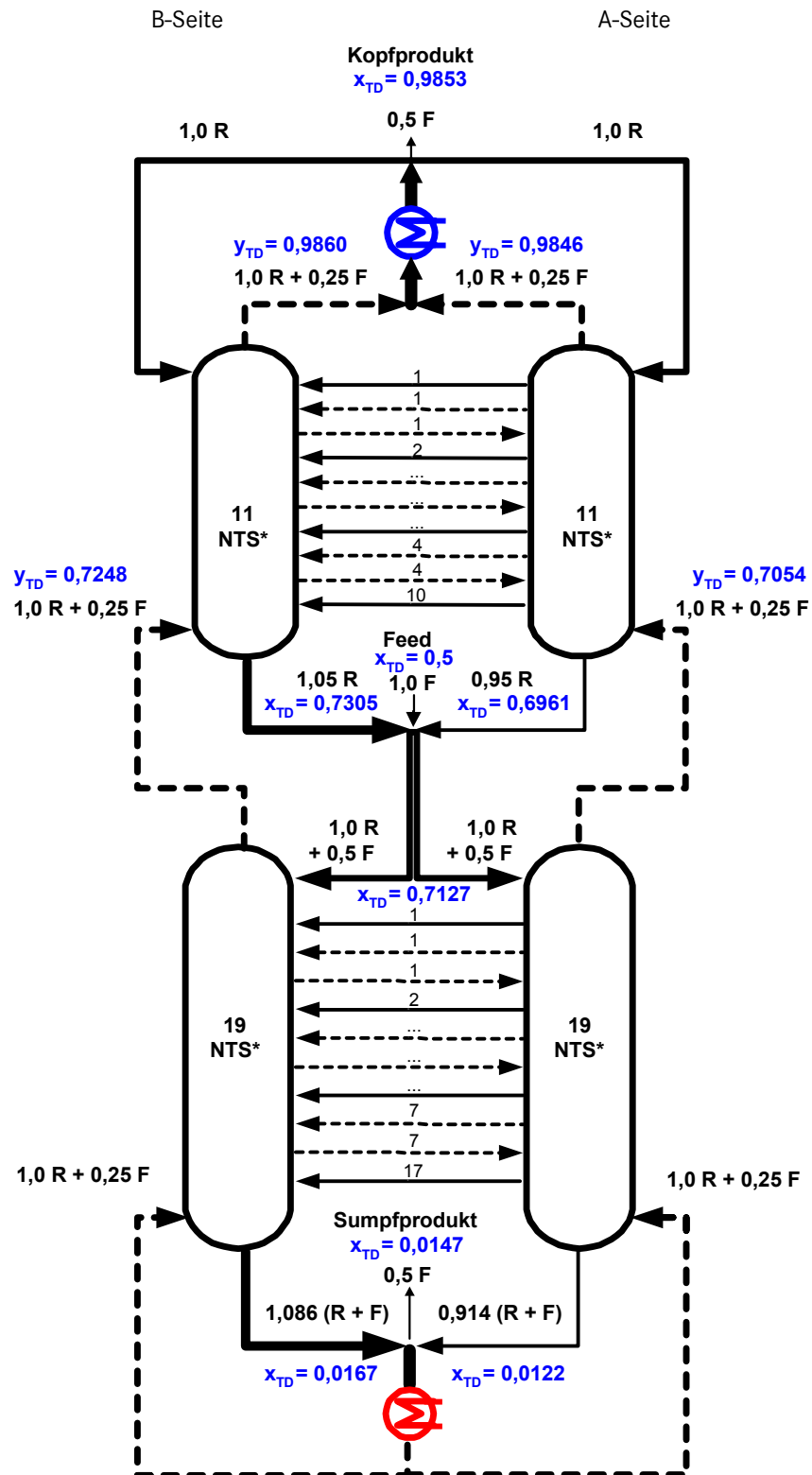


Abbildung A-4: Ergebnisse für das modifizierte Zwei-Kolonnen-Modell für das Betriebsregime „Mischung“, für den Fall der aufgeprägten Gleichverteilung

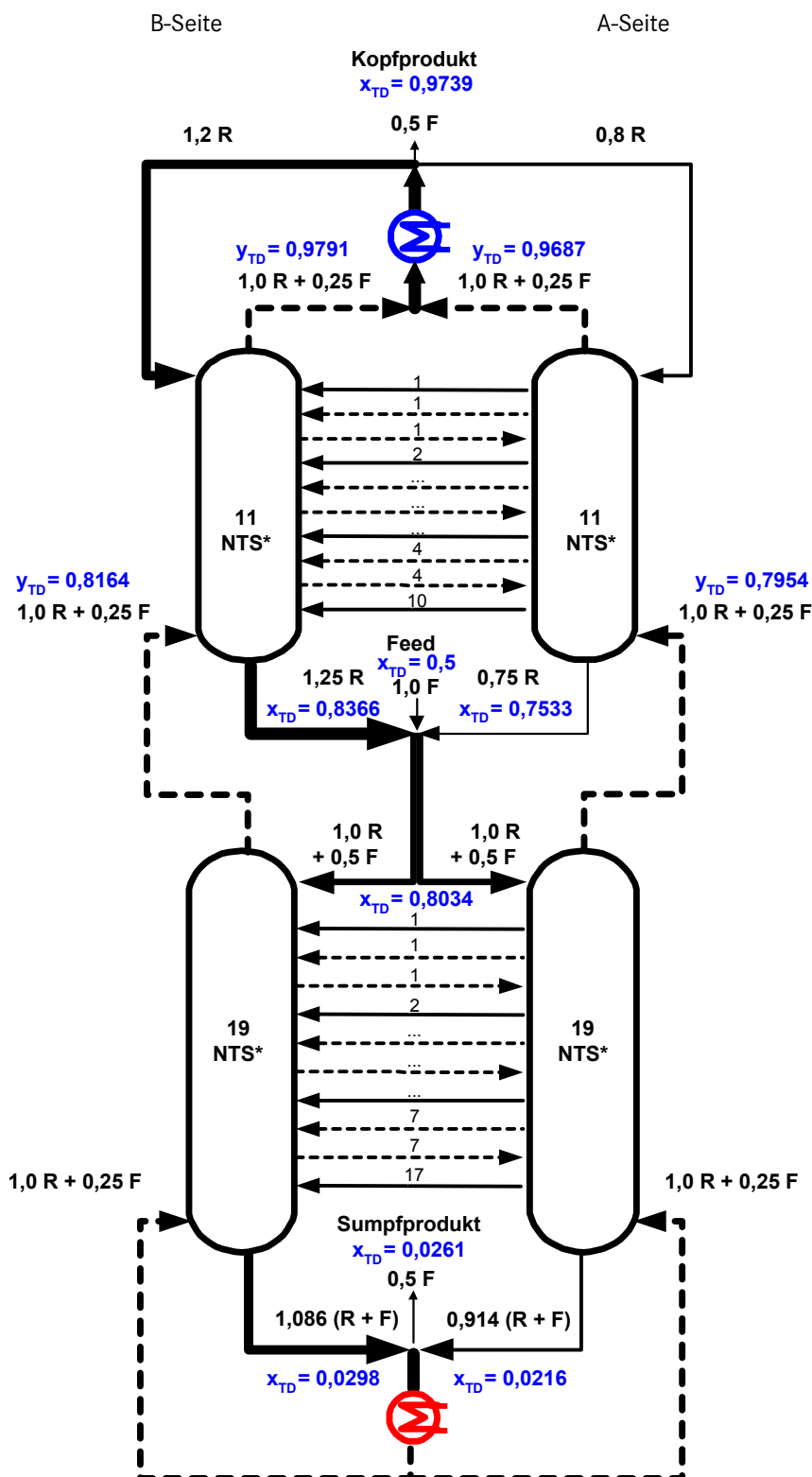


Abbildung A-6: wie Abbildung A-4, aber für den Fall der aufgeprägten Mالدistribution ($\lambda = 0,2$)

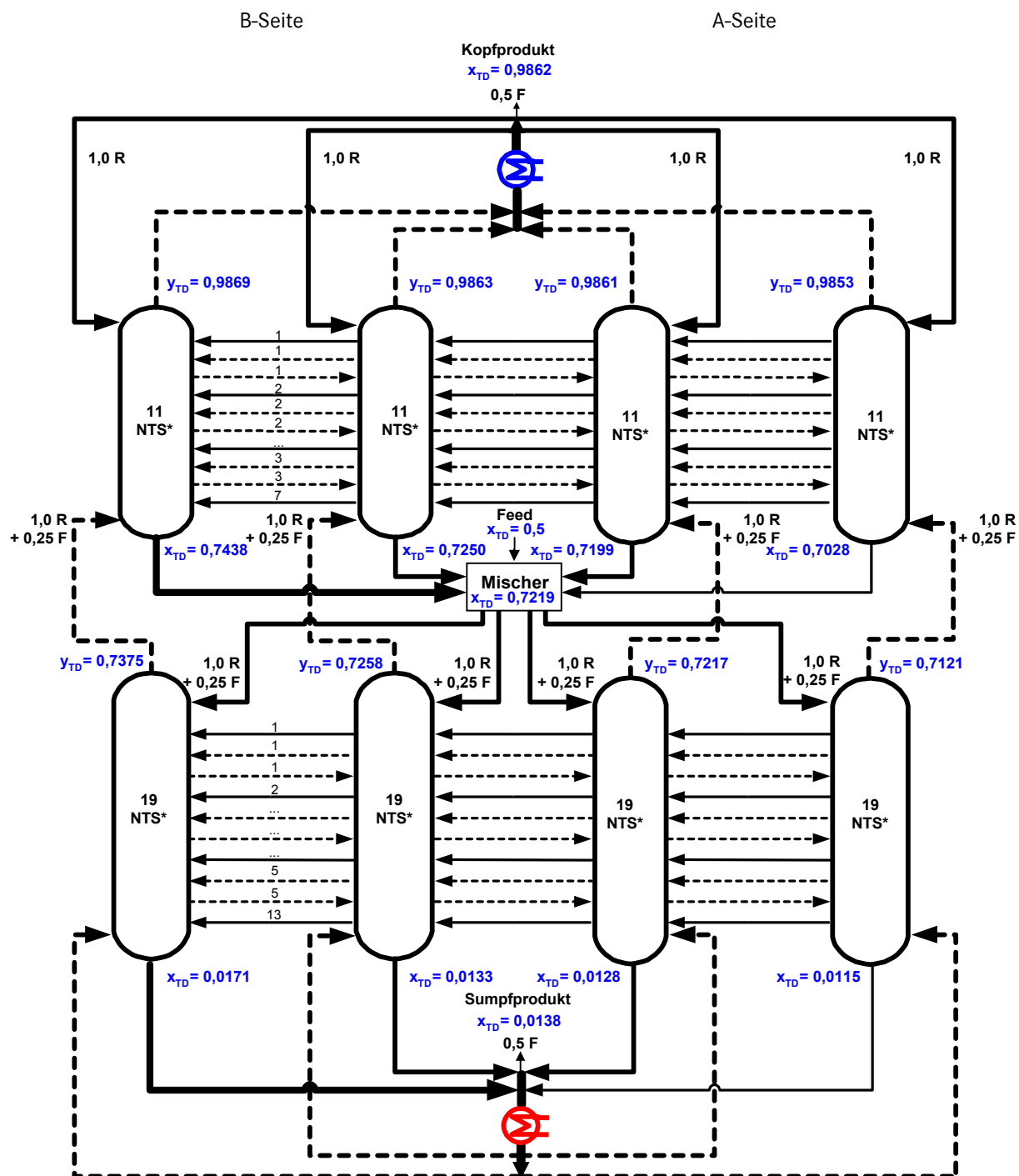


Abbildung A-8: Ergebnisse des Vier-Kolonnen-Modells für das Betriebsregime „Mischung“, für eine aufgeprägte Gleichverteilung ($\lambda = 0$) mit dampfseitiger Quervermischung und natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packungssektion (contra-wirkend)

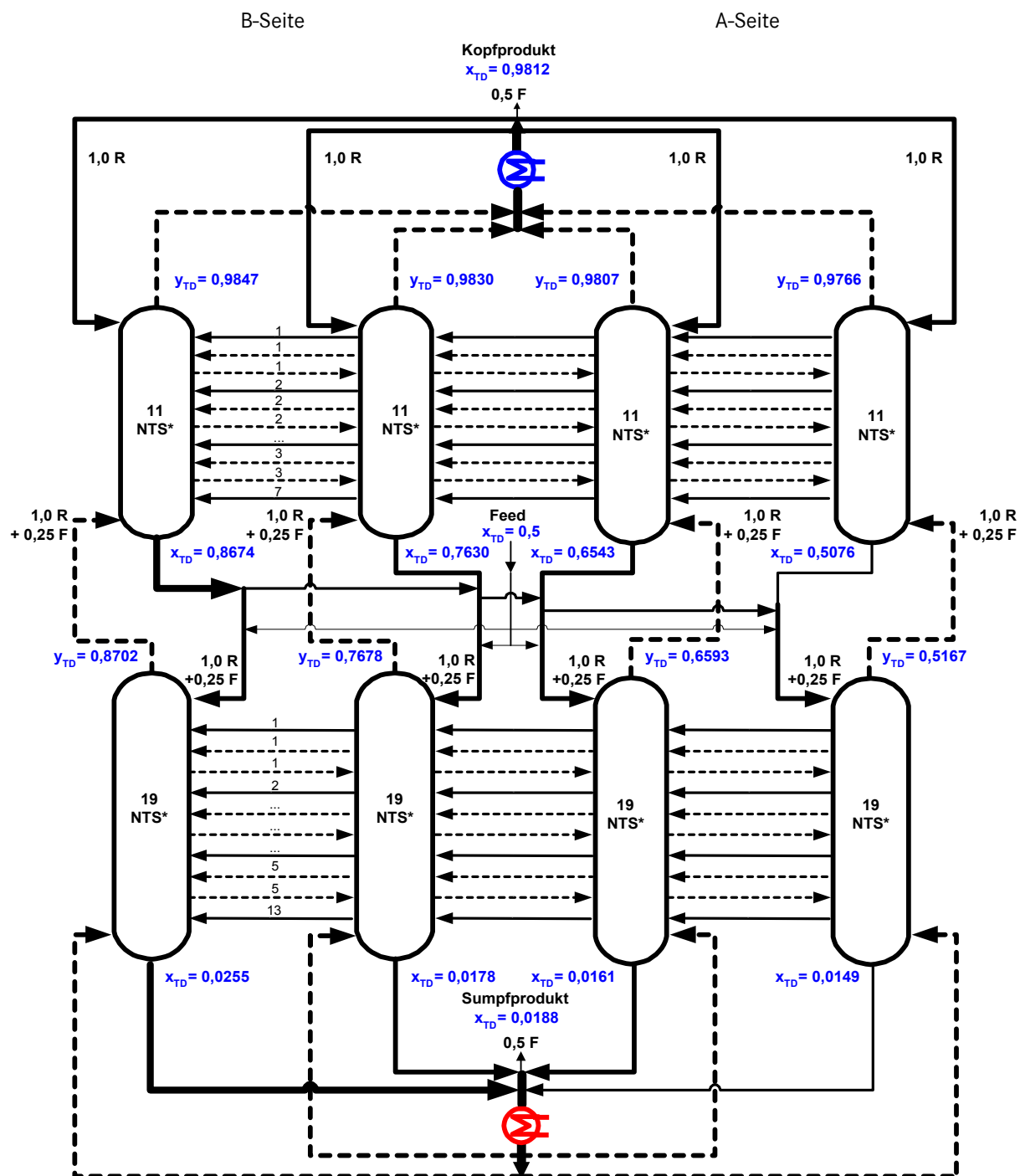


Abbildung A-9: wie Abbildung A-8, aber für das Betriebsregime „Ausgleich“

Literaturverzeichnis

Nach Autoren, alphabetisch

- [1] Adamson, A. W., 1990 „Physical chemistry of surfaces“, -5th Edition, John Wiley & Sons, New York
- [2] Ali, Q. H., 1984 „Gas distribution in shallow large diameter packed columns“, Diss. Birmingham
- [3] Billet, R., 1995 „Packed towers in processing and environmental technology“, VHC, Weinheim (FRG)
- [4] Billingham, J. F., Bonaquist, D. P., Lockett, M. J., 1997 „Characterization of the performance of packed distillation column liquid distributors“, presented at the Distillation and Adsorption '97, Maastricht, Niederlande (September)
- [5] Bomio, P., Ghelfi, L., Rütli, A., Spiegel, L., Müller, B., 1991 „Rektifikation und Absorption mit geordneten Packungen“, Chem. Tech., 43. Jg., Heft 11/12, S. 409
- [6] Bühlmann, U., 1997 „Principles of liquid distribution and scale-up characteristics of Rombopak structured packing“, presented at the Distillation and Adsorption '97, Maastricht, Niederlande (September)
- [7] Chromik, R., 1992 „Einfluss der Flüssigkeitsverteilung auf die Trennleistung von Füllkörperkolonnen“, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3, Nr. 273, VDI-Verlag, Düsseldorf
- [8] Eiden, U., 1997 „Einbautenauswahl bei der Rektifikation“, Interne Arbeitssitzung des GVC-Fachausschusses „Thermische Zerlegung von Gas- und Flüssigkeitsgemischen“, Wiesbaden
- [9] Grassmann, P., 1961 „Physikalische Grundlagen der Chemie-Ingenieur-Technik“, Bd. 1, H. R. Sauerländer & Co., Frankfurt am Main
- [10] Groenhof, H. C., Stermerding, S., 1977 „Der Einfluss des Kolonnendurchmessers auf die Wirkung einer Füllkörperkolonne“, Chem.-Ing.-Tech., 49 (10), S. 835
- [11] Hoek, P. J., Wesselingh, J. A., Zuiderweg, F. J., 1986 „Small scale and large scale maldistribution in packed columns“, Chem. Ing. Res. Des., 64, S. 431-449
- [12] Huber, M., Hiltbrunner, R., 1965 „Füllkörperrektifizierkolonnen mit Maldistribution“, Chem. Eng. Science, Vol. 21, S. 819-832
- [13] Killat, G. R., Rey, T. D., 1996 „Properly assess maldistribution in packed towers“, Chem. Eng. Progress, (5), S. 69
- [14] Kirschbaum, E., 1956 „Einfluss des Säulendurchmessers und der Randgängigkeit auf die Wirkung und Belastbarkeit von Füllkörpersäulen“, Chem.-Ing.-Tech., 28 (10), S. 639
- [15] Kister, H. Z., 1992 „Distillation Design“, McGraw-Hill, Inc., New York
- [16] Klemas, L., Bonilla, J., 1995 „Accurately assess packed- column efficiency“, Chem. Eng. Progress, (7), S. 27
- [17] Knapp, F. H., 1960 „Ausfluss, Überfall und Durchfluß im Wasserbau“, Verlag G. Braun, Karlsruhe

- [18] Kunesh, J. G., Lahm, L., Yanagi, T., 1987 „Commercial scale experiments that provide insight on packed tower distributors“, Ind. Eng. Chem. Res., 26, S. 1845
- [19] Kunesh, J. G., Shariat, A., 1995 „Packing efficiency testing on a commercial scal with good (and not so good) reflux distribution“, Ind. Eng. Chem. Res., 34 (4), S. 1273
- [20] Kouri, R. J., Sohlo, J. J., 1987 „Liquid and gas flow patterns in ramdom and structured packings“, I.Chem.E.Symposium Series No. 104, S. B193-B212, Brighton
- [21] Mersmann, A., Deixler, A., 1986 „Packungskolonnen“, Chem.-Ing.-Tech., 58 (1), S. 19
- [22] Millies, M., Mewes, D., 1998 „Modellbildung für die zweiphasige Strömung in geordneten Schichtungen und strukturierten Packungen“, Chem.-Ing.-Tech., 70 (8), S. 962-972
- [23] Mollekopf, N., 2001 „Vorlesungsskript Wärme- und Stoffübertragung“, TU Dresden, Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik und Umwelttechnik
- [24] Moore, F., Rukovena, F., 1987 „Liquid and gas distributionin commercial packed towers“, Chemical Plants & Processing, Europe edition, (8), S. 11
- [25] Myers, D., 1991 „Surfaces, interrfaces and colloids“, VCH-Verlagsgesellschaft
- [26] Naudascher, E., 1992 „Hydraulik der Gerinne und Gerinnebauwerke“, - 2. Verb. Auflage, Springer, Wien
- [27] Onken, U., Arlt, W., 1990 „Recommended test mixtures for distillation colums“, The Institution of Chemical Engineers, 2nd Edition
- [28] Peng, X. F., Peterson, G. P., Wang, B. X., 1992 „Capillary-induced rewetting in a flat porous cover layer“, Int. J. Heat Mass. Transfer, 35 (2), S. 319
- [29] Perry, D., Nutter, D. E., Hale, A., 1990 „Liquid distribution for optimum packing performance“, Chem. Eng. Progress, (1), S. 30
- [30] Potthoff, R., 1992 „Maldistribution in Füllkörperkolonnen“, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3, Nr. 294, VDI-Verlag, Düsseldorf
- [31] Potthoff, R., Sweeney, P., Krishnamurthy, K. R., 1997 „Structured packing liquid holdup in cryogenic systems“, Int. J. Refrig., 20 (1), S. 63
- [32] Preisler, G., Bollrich, G., 1985 „Technische Hydromechanik. - Bd 1.“, 2. Auflage, Berlin
- [33] Ronge, G., 1995 „Überprüfung unterschiedlicher Modelle für den Stoffaustausch bei der Rektifikation in Packungskolonnen“, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3, Nr. 390, VDI-Verlag, Düsseldorf
- [34] Schomburg, G., 1977 „Gaschromatographie“, Verlag Chemie, 1. Auflage, Weinheim
- [35] Schultes, M., 1998 „Füllkörper oder Packung ? - Wem gehört die Zukunft ?“, Chem.-Ing.-Tech., 70 (3), S. 254
- [36] Schultes, M., 2000 „Einfluss der Flüssigkeitswiederverteilung auf den Stofftransport in Füllkörper- und Packungskolonnen“, Vortrag zur internen Arbeitssitzung des GVC-Fachausschußes 'Thermische Zerlegung von Gas- und Flüssigkeitsgemischen', Wernigerode

- [37] Scott, A. H., 1935 „Liquid distribution in packed towers“, M.Sc. thesis, University of London, London
- [38] Shi, M. G., Mersmann, A., 1985 „Effective interfacial area in packed columns“, Chem. Eng. (8), S. 87-96
- [39] Stichlmair, J. G., Fair, J. R., 1998 „Distillation: Principles and Practice“, Wiley-VCH, New York
- [40] Stikkelman, R. M., 1989 „Gas and liquid maldistributions in packed columns“, Diss. TU Delft
- [41] Stoter, F., 1993 „Modelling of maldistribution in structured packings - from detail to column design“, Diss. TU Delft
- [42] Strigel, R. F., 1987 „Random Packings and Packed Towers, Design and Applications“, Gulf Publishing Company, Houston
- [43] Ullrich, H., Deeke, W., Geipel, W., 1983 „Flüssigkeitsverteilung mit offenen Verteilrinnen“, vt- Verfahrenstechnik, 17, S. 223
- [44] Vauck, W. R. A., Müller, H. A., 2000 „Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik“, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 11. Auflage, Stuttgart
- [45] Yuan, H.-c., Spiegel, L., 1982 „Theoretical and experimental investigation of the influence of maldistribution on the performance of packed columns at partial reflux“, Chem.-Ing.-Tech., 54 (8), S. 774-775
- [46] Zogg, M., 1972 „Strömungs- und Stoffaustauschuntersuchungen an der Sulzer-Gewebepackung“, Diss. ETH Zürich
- [47] Zuiderweg, F. J., Hoek, P. J., Lahm Jr., L. L., 1987 „The effect of liquid distribution and redistribution on the separating efficiency of packed columns“, I.Chem.E Symposium Series 104, Teil A, S. 217-232
- [48] Zuiderweg, F. J., Hoek, P. J., 1987 „The effect of small scale liquid maldistribution („natural flow“) on the separating efficiency of random packings“, I.Chem.E Symposium Series 104, Teil B, S. 247-254
- [49] Zuiderweg, F. J., Kunesh, J. G., King, D. W., 1993 „A model for the calculation of the effect of maldistribution on the efficiency of a packed column“, Trans. I.Chem.E, 71 (1), Teil A, S. 38

Andere Quellen

- [50] Firmenprospekt der Julius Montz GmbH
- [51] Firmenprospekt der Sulzer Chemtech AG, „MELLATECH™ Kolonneneinbauten - Das Konzept für gepackte Kolonnen“
- [52] Handbook of Chemistry and Physics 53rd Edition
- [53] Patentanmeldung beim Europäischen Patentamt, EP 000 103 8562 A1

